



# Comportement élasto-viscoplastique de tubes en Zircaloy 4 : approche expérimentale et modélisation micromécanique

Philippe Geyer

## ► To cite this version:

Philippe Geyer. Comportement élasto-viscoplastique de tubes en Zircaloy 4 : approche expérimentale et modélisation micromécanique. Matériaux. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 1999. Français. NNT : . pastel-00933408

**HAL Id: pastel-00933408**

**<https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00933408>**

Submitted on 20 Jan 2014

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Hubert  
nh2



ECOLE DES MINES  
DE PARIS

Collège doctoral

## THESE

pour obtenir le grade de

**Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris**

Spécialité Science et Génie des Matériaux

présentée et soutenue publiquement par

**Philippe GEYER**

le 9 décembre 1999

**COMPORTEMENT ELASTO-VISCOPLASTIQUE  
DE TUBES EN ZIRCALOY-4 :  
Approche expérimentale et Modélisation micromécanique**

*Directeurs de thèse : Philippe PILVIN et Xavier FEAUGAS*

### Jury

M. J. L. STRUDEL	Président	Ecole des Mines de Paris
M. M. CLAVEL	Rapporteur	UTC
M. A. ZAOUI	Rapporteur	Ecole Polytechnique
M. D. GILBON	Examineur	CEA Saclay
M. J. P. MARDON	Examineur	FRAMATOME
M. G. ROUSSELIER	Examineur	EDF
M. X. FEAUGAS	Directeur de thèse	UTC
M. P. PILVIN	Directeur de thèse	Ecole Centrale Paris

Centre des Matériaux P. M. FOURT de l'Ecole des Mines de Paris  
B. P. 87, 91003 EVRY Cedex

---





## Préambule

*Ce mémoire est l'aboutissement de quatre années de travail menées dans des fonctions d'ingénieur-chercheur à EDF.*

*Je tiens tout d'abord à remercier les dirigeants d'EDF qui m'ont fait confiance tout au long de ce parcours, mais également nos partenaires industriels qui ont montré un vif intérêt pour cette étude. Mon souhait le plus cher est que la démarche mise en œuvre sur le Zircaloy-4 "à l'état de réception" puisse être utilisée avec profit à l'étude du comportement des alliages de zirconium irradiés.*

*Je tiens également à remercier tout ceux qui ont participé à ces travaux, des bords du Doubs aux bords de Seine...*

*Que les membres du jury soient ici salués pour le travail effectué dans l'analyse de ce mémoire, dans des emplois du temps souvent très chargés. J'ajoute une attention particulière pour les rapporteurs : leur analyse critique et détaillée fait référence en la matière.*

*Enfin une part importante de ce mémoire traduit les résultats d'un travail d'équipe. Je suis pleinement reconnaissant à Philippe PILVIN et Xavier FEAUGAS qui m'ont "poussé" pendant plusieurs années avant de me "soutenir" pendant les derniers mois difficiles qui accompagnent souvent la fin d'un travail de thèse. A travers eux, c'est à tous les enseignants chercheurs qui m'ont formé et transmis leur passion que je dédie ce mémoire.*

*Vanité des vanités, disait l'Ecclésiaste. Vanité des vanités, tout est vanité ! Quel profit l'homme retire-t-il de toute la peine qu'il se donne sous le soleil ?*

*Une génération s'en va, une génération arrive, et la terre subsiste toujours. Le soleil se lève, le soleil se couche ; il se hâte de retourner à sa place, et de nouveau il se lèvera. [...] Tout discours est fatigant, on ne peut jamais tout dire. L'œil n'a jamais fini de voir, ni l'oreille d'entendre.*

Extrait du livre de L'ECCLESIASTE.



# Table des matières

	<b>Introduction</b>	<b>5</b>
1	Comportement mécanique des tubes de gaine du crayon combustible : le problème industriel associé.....	7
2	Démarche de l'étude .....	8
3	Plan du mémoire .....	10
<b>I</b>	<b>Modes de déformation dans les métaux hexagonaux</b>	<b>11</b>
I.1	Les modes de glissement .....	12
I.1.1	<i>Facilité relative des systèmes de glissement principaux.....</i>	<i>12</i>
I.1.2	<i>Glissement <math>\langle a \rangle</math> dans les plans prismatiques (P). .....</i>	<i>13</i>
I.1.3	<i>Glissement <math>\langle a \rangle</math> dans le plan de base (B). .....</i>	<i>19</i>
I.1.4	<i>Glissement <math>\langle a \rangle</math> dans les plans pyramidaux de première espèce (<math>\pi_1</math>). .....</i>	<i>20</i>
I.1.5	<i>Glissement <math>\langle c+a \rangle</math> dans les plans pyramidaux (<math>\pi_1</math> et <math>\pi_2</math>). .....</i>	<i>22</i>
I.2	Les systèmes de maillage. ....	23
I.3	Influence de la taille de grain.....	25
<b>II</b>	<b>Les matériaux de l'étude</b>	<b>27</b>
II.1	Présentation des produits étudiés.....	29
II.2	Caractérisation métallurgique .....	30
II.2.1	<i>Microstructure.....</i>	<i>30</i>
II.2.2	<i>Texture cristallographique .....</i>	<i>36</i>
<b>III</b>	<b>Comportement macroscopique</b>	<b>41</b>
III.1	Grandeurs mécaniques permettant de caractériser la nature des obstacles à la déformation plastique.....	43
III.1.1	<i>Notions de contraintes interne et effective (Feaugas 1994,1999).....</i>	<i>43</i>
III.1.2	<i>Méthodologie d'obtention des contraintes interne et effective.....</i>	<i>45</i>
III.1.3	<i>Détermination du volume d'activation .....</i>	<i>46</i>
III.2	Comportement des produits étudiés à température ambiante .....	47
III.2.1	<i>Comportement dans la direction axiale des tubes .....</i>	<i>47</i>
III.2.2	<i>Comportement en pression interne avec reprise de l'effet de fond .....</i>	<i>56</i>
III.2.3	<i>Comportement sous chargement multiaxial.....</i>	<i>65</i>



III.3	Comportement des produits étudiés à 350 °C.....	79
III.3.1	<i>Comportement dans les directions axiale et circonférentielle des tubes .....</i>	79
III.3.2	<i>Comportement sous chargement multiaxial à 350 °C.....</i>	93
III.4	Effet de la température entre 20 et 450 °C.....	103
III.4.1	<i>Comportement sous chargement uniaxial .....</i>	103
III.4.2	<i>Comportement sous chargement multiaxial .....</i>	104
IV	<b>Etude des mécanismes de déformation à 20 et 350 °C en Microscopie Electronique à Transmission</b>	111
IV.1	Méthode d'observation en microscopie electronique en transmission - Etats de déformation observés .....	113
IV.2	Modes de déformation observés après écrouissage .....	116
IV.2.1	<i>Grains non déformés .....</i>	119
IV.2.2	<i>Mode de glissement principal.....</i>	119
IV.2.3	<i>Modes de glissement secondaire .....</i>	124
IV.2.4	<i>Mode de Maclage .....</i>	129
IV.2.5	<i>Multipllicité du glissement .....</i>	131
IV.2.6	<i>Interactions entre systèmes de glissement.....</i>	133
IV.2.7	<i>Influence de l'orientation des grains sur les modes de déformation activés .....</i>	133
IV.2.8	<i>Structures hétérogènes de dislocations .....</i>	135
IV.3	Modes de déformation associés aux essais de fluage et de relaxation .....	139
IV.3.1	<i>Grains non déformés .....</i>	140
IV.3.2	<i>Structures développées lors des essais de fluage et de relaxation.....</i>	141
V	<b>Mécanismes physiques associés à la plasticité du Zircaloy-4 : synthèse et discussion</b>	153
V.1	Systèmes de glissement associés a la déformation plastique.....	154
V.1.1	<i>Glissement prismatique .....</i>	154
V.1.2	<i>Glissements secondaires.....</i>	154
V.2	Ecrouissage du matériau .....	160
V.2.1	<i>Evolution de l'état de contrainte interne <math>X_i</math> au cours de la déformation plastique...</i>	160
V.2.2	<i>Evolution des contraintes effectives <math>\Sigma_{eff}</math> au cours de la déformation plastique ..</i>	161
V.3	Mécanismes physiques thermiquement activés .....	163
V.3.1	<i>Le domaine des basses températures <math>D_1</math> (<math>T \leq 300</math> °C) .....</i>	164
V.3.2	<i>Le domaine des hautes températures <math>D_3</math> (<math>T_2 &lt; T &lt; T_3</math>). .....</i>	172
V.4	Ecart à la loi de Schmid .....	173
V.5	Les éléments essentiels à retenir pour la modélisation .....	174
VI	<b>Modélisation par une approche polycristalline</b>	179
VI.1	APPROCHE MICROMÉCANIQUE DU COMPORTEMENT.....	180
VI.1.1	<i>L'étape de représentation.....</i>	181
VI.1.2	<i>L'étape de changement d'échelle .....</i>	187
VI.1.3	<i>Synthèse des équations du modèle polycristallin .....</i>	190
VI.2	Modélisation à température ambiante.....	191
VI.2.1	<i>Identification des paramètres .....</i>	191



VI.2.2	<i>Simulation des essais mécaniques</i> .....	197
VI.2.3	<i>Surface de charge</i> .....	204
VI.2.4	<i>Quantification</i> .....	206
VI.3	Discussion des résultats .....	209
VI.3.1	<i>Identification à 20 °C</i> .....	209
VI.3.2	<i>Identification à 350 °C</i> .....	210
	<b>Conclusions et Perspectives</b>	<b>213</b>

## Annexes

<b>A-I</b>	<b>Volume et énergie d'activation</b>	<b>217</b>
A-I.1	Détermination du volume et de l'énergie d'activation .....	217
A-I.2	Influence de l'oxygène sur les cisssions critiques, énergie et volume d'activation du glissement prismatique dans les alliages de Titane et de Zirconium à 300 K .....	219
<b>A-II</b>	<b>Essais mécaniques : description des moyens d'essais et des méthodes de dépouillement</b>	<b>221</b>
A-II.1	Moyens d'essais mis en œuvre .....	222
	<i>A-II.1.1 Essais uniaxés</i> .....	222
	<i>A-II.1.2 Essais biaxés</i> .....	224
A-II.2	Dépouillement des essais .....	225
	<i>A-II.2.1 Formulation du problème</i> .....	225
	<i>A-II.2.2 Dépouillement de l'essai dans la phase élastique</i> .....	226
	<i>A-II.2.3 Dépouillement en élasto-viscoplasticité (Boubidi et Pilvin 1996)</i> .....	227
A-II.3	Synthèse des essais effectués à EDF sur le produit X1 Rx.....	228
<b>A-III</b>	<b>Méthodes d'observation en microscopie électronique à transmission</b>	<b>231</b>
A-III.1	Techniques d'observations en MET (Feaugas 1994).....	232
	<i>A-III.1.1 Le microscope</i> .....	232
	<i>A-III.1.2 Projection stéréographique</i> .....	232
	<i>A-III.1.3 Identification du vecteur de Burgers d'une dislocation</i> .....	232
	<i>A-III.1.4 Identification de la ligne de dislocation</i> .....	233
	<i>A-III.1.5 Identification du plan de glissement</i> .....	234
A-III.2	Calcul de la densité de dislocations dans un grain .....	235
A-III.3	Figures de pôles déterminées en MET lors des quantifications .....	235
A-III.4	Influence de l'orientation des grains sur les modes de déformation activés .....	239
<b>A-IV</b>	<b>Modelling of the anisotropic viscoplastic behavior of fully annealed Zircaloy-4 tubes by a polycrystalline approach</b>	<b>245</b>
<b>A-V</b>	<b>Modelling of uniaxial and multiaxial ratchetting of stainless steel 316 SPH by a micromechanical approach</b>	<b>249</b>





---

## Introduction

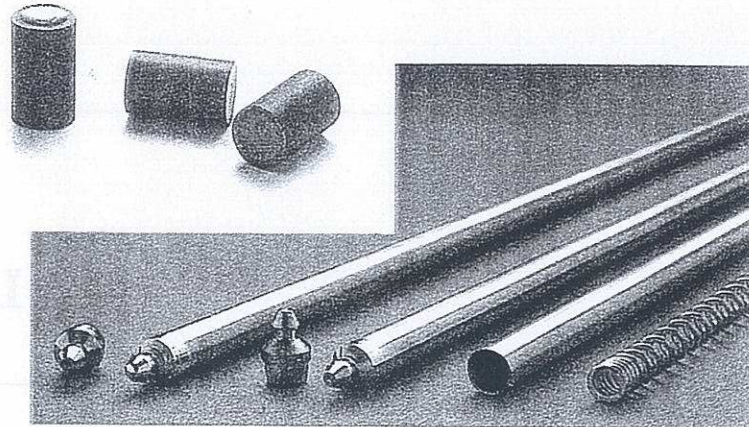
---

*Le combustible des centrales REP (Réacteur à Eau sous Pression) qui constituent le parc nucléaire français, est constitué de pastilles d'oxyde d'uranium empilées dans une gaine en alliage de zirconium fermée à ses deux extrémités ; les pastilles sont maintenues dans le tube par l'intermédiaire de deux ressorts. L'ensemble précédent constitue le crayon combustible. Ces crayons sont introduits dans le cœur du réacteur sous forme d'assemblage (figure 1). Pour éviter tout risque de flambement dû à la pression du fluide réfrigérant dans la cuve (155 bars), les tubes sont remplis d'hélium sous pression à la conception.*

*Le crayon combustible constitue la première barrière de sécurité vis-à-vis de la dissémination d'éléments radioactifs dans l'atmosphère. En tant qu'exploitant, EDF est tenu de garantir son intégrité dans toutes les conditions normales ou incidentelles de fonctionnement.*

*Il est soumis à diverses sollicitations d'origine neutronique, chimique et thermomécanique (gradients de température et de pression, poussée de la pastille sur la gaine). La complexité des phénomènes mis en jeu rend nécessaire l'utilisation d'outils numériques et de modélisation pour établir les dossiers de sûreté. L'actuel outil de référence d'EDF est le logiciel CYRANO3, développé par sa division R&D (Baron et al. 1997).*

## Pastilles combustibles



Tube de gainage en Zircaloy 4 ressorts et bouchons

Araignée

Crayon de commande

Ressort de maintien

Plaque de tête

Grille supérieure

Tube-guide

Crayon combustible

Grille intermédiaire

Grille inférieure

Plaque de pied

Crayon combustible

Queusot

Bouchon supérieur

Ressort Inconel

Pastille  $UO_2$ 

Gaine Zircaloy

Bouchon inférieur

Figure 1 : Assemblage combustible des Réacteurs à Eau sous Pression



## 1 COMPORTEMENT MECANIQUE DES TUBES DE GAINÉ DU CRAYON COMBUSTIBLE : LE PROBLEME INDUSTRIEL ASSOCIE

Les centrales REP ont initialement été conçues pour fonctionner *en base*, les modifications des conditions de fonctionnement se limitant aux phases d'arrêt et de redémarrage. Les ingénieurs se sont longtemps restreints à des lois de fluage pour modéliser le comportement mécanique des tubes de gaine. Les *nouvelles* conditions de fonctionnement des réacteurs (suivi de charge et augmentation de la durée de vie des assemblages) conduisent à des sollicitations plus sévères que celles initialement prévues. Une modélisation plus fine du comportement s'avère donc nécessaire.

L'aboutissement de six ans de travaux en collaboration avec le LMA-RC (Laboratoire de Mécanique Appliqué R. Chaléat, Besançon) a permis à EDF de disposer d'une modélisation phénoménologique du comportement élastoviscoplastique des tubes en Zircaloy (Robinet 1995, Schäffler 1998). Ce modèle à variables internes s'inscrit dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles. Il prend en compte l'anisotropie de comportement et les effets de l'irradiation. Ses paramètres matériau ont été identifiés sur les tubes en Zircaloy-4 de l'assemblage combustible AFA-2G proposé par Framatome et majoritairement utilisé actuellement dans les centrales REP françaises. Les données sur matériaux irradiés ont été acquises au CEA dans le cadre de programmes de recherches tripartites entre EDF, le CEA et Framatome.

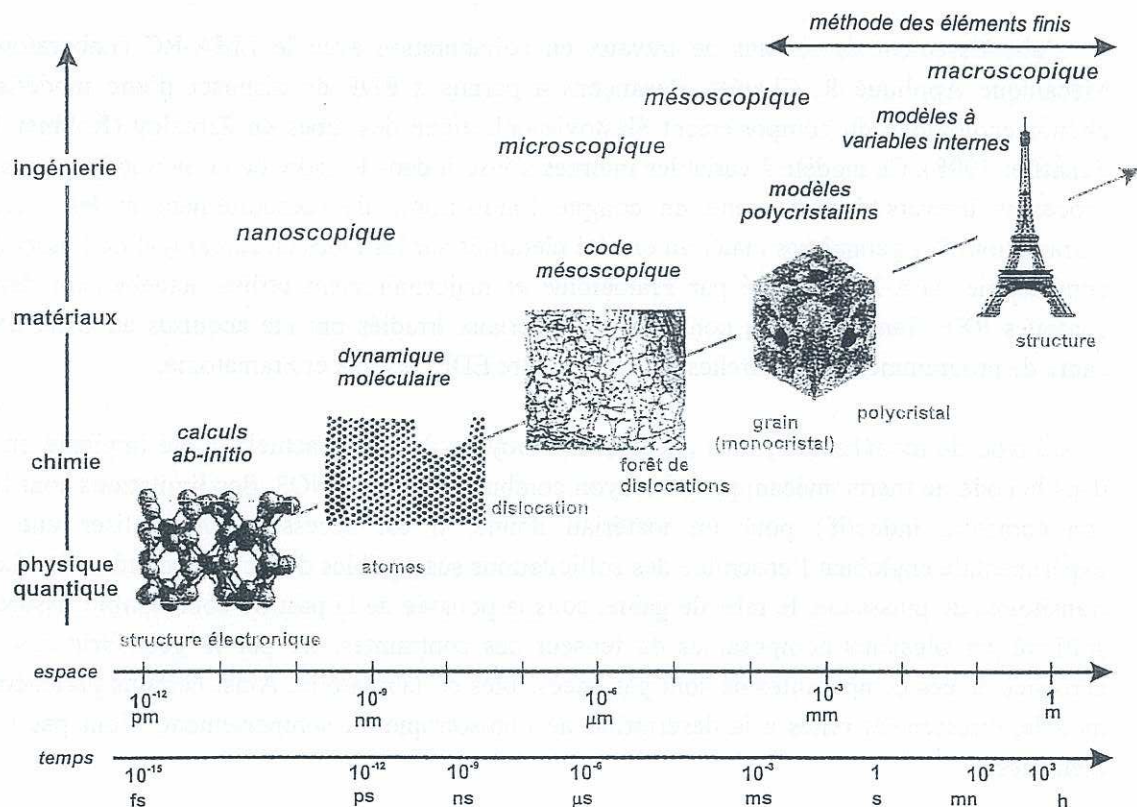
Ce type de modélisation, bien adaptée aux moyens de calcul actuels, a été implanté en 1997 dans le code de thermomécanique du crayon combustible CYRANO3. Ses limitations sont liées à son caractère inductif : pour un matériau donné, il est nécessaire de réaliser une étude expérimentale englobant l'ensemble des sollicitations susceptibles d'être vues en réacteur. Lors de transitoires de puissance, le tube de gaine, sous la poussée de la pastille combustible fissurée, est sollicité par plusieurs composantes du tenseur des contraintes. De par la géométrie des tubes, certaines de ces composantes ne sont pas accessibles en laboratoire. Ainsi certains paramètres du modèle, directement reliés à la description de l'anisotropie du comportement, n'ont pas pu être identifiés.

La définition de nouveaux produits par le fabricant français Framatome et l'ouverture par EDF du marché du combustible aux fournisseurs étrangers entraînent la proposition de plusieurs types de gaine en alliage de zirconium, qui diffèrent notamment par leur mode de fabrication et leur composition chimique. *La modélisation du comportement mécanique par une approche plus prédictive, en se basant sur l'étude de la microstructure du matériau et des mécanismes physiques de déformation*, apparaît incontournable dans ce contexte ; cela constitue l'objectif de cette thèse.



## 2 DEMARCHE DE L'ETUDE

Dans l'étude de la déformation des métaux, plusieurs échelles d'observations peuvent être mises en évidence (figure 2). A chacune de ces échelles, la complexité des phénomènes mis en jeu a conduit les scientifiques à développer des codes de simulations limités en échelles de temps et d'espace (Rousselier *et al.* 1998). A chaque échelle, la simulation numérique introduit une part importante d'empirisme et de simplification de la réalité physique. Il reste donc nécessaire de disposer d'une base de données expérimentales pour l'identification de *paramètres matériau* et la validation de la modélisation.



**Figure 2 :** Les échelles d'observation, depuis la structure électronique qui assure la cohésion de la matière, jusqu'aux structures industrielles. Les termes situés sous la diagonale désignent les objets impliqués dans la déformation des métaux constituant les structures. Les modèles de simulation numérique mis en œuvre à chaque échelle sont nommés au dessus de chaque figure (Rousselier *et al.* 1998).

La première étape de notre démarche de modélisation est le choix de l'échelle représentative et du volume élémentaire associé. Pour cela, il est nécessaire de disposer d'une connaissance préalable sur les mécanismes régissant la déformation plastique. D'après la littérature, les mécanismes physiques prépondérants pour l'apparition de déformations irréversibles dans les alliages de zirconium, sont le glissement des dislocations et le maclage (dans la gamme de



température qui nous intéresse :  $20\text{ °C} \leq T \leq 400\text{ °C}$ ). La possibilité de glissements aux joints de grains a été étudiée par Masson (1998) à l'aide d'essais sur éprouvettes plates munies de microgrilles d'or. L'analyse des essais par une technique précise de mesure par corrélation d'images a permis de conclure à l'absence de bandes de localisation aux faibles déformations ( $\epsilon_p \leq 5\%$ ) et à l'absence de glissement aux joints de grains.

Fort des informations précédentes, l'objectif étant ici de décrire le comportement du matériau à l'échelle macroscopique, on s'est donc restreint à décrire les mécanismes de déformation à l'échelle des grains du polycristal<sup>1</sup>. Les modes de déformation dans les métaux de structure hexagonale sont nombreux et complexes. Cinq modes de glissement et quatre modes de maclage sont le plus souvent référencés (Yoo 1981, 1991). Pour déterminer les modes de déformations actifs dans le Zircaloy-4, nous avons choisi d'effectuer des observations *post mortem* en microscopie électronique en transmission. Les échantillons (lames minces) sont prélevés sur des tubes soumis à divers trajets de chargement. En plus des observations qualitatives des modes de déformation activés, des quantifications seront effectuées sur un échantillonnage de grains. L'objectif de cette quantification est, d'une part, de déterminer les mécanismes prépondérants et, d'autre part, de servir de validation pour la modélisation qui sera proposée.

Les essais mécaniques ont été réalisés à  $350\text{ °C}$ , température représentative de celle des tubes de gaine en service, et à  $20\text{ °C}$ , pour des niveaux de déformation plastique généralement inférieurs ou égaux à  $4\%$ . L'observation d'échantillons déformés à deux températures différentes a permis de caractériser plus aisément les mécanismes physiques mis en jeu lors de la déformation plastique. Les structures de déformation observées à température ambiante se sont révélées moins complexes que celles développées à  $350\text{ °C}$  où la quantification devient délicate. L'approche expérimentale à  $20\text{ °C}$  s'est donc avérée pertinente tant pour le développement que pour la validation de la modélisation.

Deux principaux éléments ont guidé le choix des essais mécaniques effectués :

- l'étude approfondie de l'anisotropie de comportement pour des sollicitations combinant effort axial et pression interne ;
- la réalisation d'essais originaux dont l'analyse des résultats puisse être directement reliée aux mécanismes de déformation à l'échelle des grains.

Le point de départ de la modélisation est une approche de type micromécanique utilisé avec succès pour des matériaux cubiques (Pilvin 1990, 1994, 1995), en prenant en compte la spécificité de la structure hexagonale du zirconium. Le choix des lois de comportement régissant les mécanismes de glissement découle de notre approche expérimentale.

L'étude porte uniquement sur le Zircaloy-4 dans son état métallurgique recristallisé, l'état détendu ne se prêtant pas aux observations en microscopie. Une première démarche a été entreprise pour étendre les résultats obtenus sur matériau recristallisé au produit détendu dans le cadre d'un stage de DEA (Renouard 1999). Les effets de l'irradiation ne seront pas abordés.

---

<sup>1</sup> Nous verrons cependant dans les chapitres suivants que les informations obtenues aux plus petites échelles (notamment par simulation) peuvent apporter des renseignements précieux pour la compréhension et la modélisation du comportement à l'échelle des grains.



### 3 PLAN DU MEMOIRE

Le mémoire est composé de six chapitres successifs. Des rappels théoriques, la présentation des moyens expérimentaux mis en œuvre et des résultats complémentaires sont reportés en annexe pour faciliter la lecture du document.

Les résultats disponibles dans la littérature sur les mécanismes de déformation des alliages de zirconium sont présentés dans le premier chapitre. L'influence de l'anisotropie de la structure hexagonale sur la nature des modes de déformation et les mécanismes thermiquement activés associés à ces modes de déformation sont discutés.

Le chapitre II présente les matériaux utilisés dans notre étude, en termes de composition, d'état métallurgique et de texture.

Les notions de contraintes internes et effectives<sup>2</sup>, de volume d'activation et les essais mécaniques permettant d'y accéder sont rappelés en début de chapitre III. Ces grandeurs nous permettront de relier les résultats expérimentaux aux mécanismes physiques sous-jacents. Pour étudier le comportement élastoviscoplastique des tubes, des essais d'écrouissage, de fluage et de relaxation ont été effectués. L'anisotropie est quantifiée à l'aide d'essais combinant effort axial et pression interne, la direction axiale étant choisie comme direction de référence. Les résultats obtenus à 20 °C et 350 °C sont présentés successivement avant de conclure par les effets de la température entre 20 °C et 450 °C.

L'objectif de l'analyse en Microscopie Electronique en Transmission (MET) est d'identifier les modes de déformation activés en fonction de l'orientation de la sollicitation, du niveau de déformation plastique macroscopique, du mode de chargement et de la température. Les résultats des observations sont regroupés dans le Chapitre IV.

Le chapitre V fait la synthèse des résultats obtenus lors des essais mécaniques et des observations en MET. La discussion de ces résultats permet de dégager les éléments essentiels qui seront retenus pour la modélisation.

La modélisation est abordée dans le dernier chapitre. Les variables attachées aux différentes échelles et les mécanismes retenus sont précisés au fur et à mesure de la présentation de l'approche micromécanique. Les résultats obtenus par la modélisation sont confrontés avec les essais mécaniques et les observations microstructurales. Les points forts du modèle ainsi que ses lacunes sont dégagés.

---

<sup>2</sup> Ces termes sont utilisés dans le mémoire par abus de langage pour alléger la terminologie. De manière plus précise, il s'agit des contraintes internes issues des interactions à longue distance, les contraintes effectives étant associées aux interactions à courte distance.











---

## Chapitre I

# Modes de déformation dans les métaux hexagonaux

---

*Les modes de déformation dans les métaux de structure hexagonale sont nombreux et complexes. Cinq modes de glissement et quatre modes de maclage sont le plus souvent référencés (Yoo 1981, 1991).*

*Dans ce chapitre, les résultats disponibles dans la littérature sur les mécanismes de déformation (glissement et maclage) des alliages de zirconium- $\alpha$  et de titane- $\alpha$  sont présentés. En effet, zirconium- $\alpha$  et titane- $\alpha$ , tous deux métaux de structure hexagonale appartenant au groupe IV.a de la classification périodique des éléments (Zr, Ti et Hf), présentent de fortes similitudes.*

*L'influence de l'anisotropie de la structure hexagonale sur la nature des modes de déformation, ainsi que les mécanismes thermiquement activés associés aux modes de déformation seront discutés.*

*L'effet des éléments d'alliage est abordé en considérant des teneurs en oxygène équivalent ( $O_{eq}$  en % at.), équivalence au sens de l'effet de la teneur en éléments sur la valeur de la cission critique du glissement principal. Les teneurs en  $O_{eq}$  sont définies de la façon suivante :*

$$O_{eq} (Zr) = O + 2 N + 0,5 C \text{ (Tyson 1968)}$$

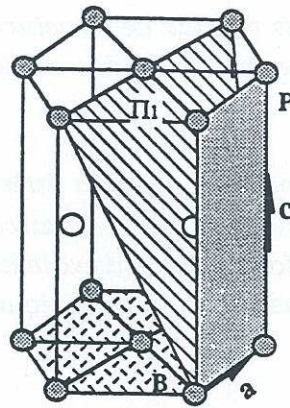
$$O_{eq} (Ti) = O + 2 N + 0,75 C \text{ (Conrad 1981)}$$

## I.1 LES MODES DE GLISSEMENT

Les métaux de structure hexagonale se déforment suivant quatre plans et deux directions (tableau I.1 et figure I.1). Pour un métal particulier, la fréquence de ces modes de glissement n'est pas la même. La déformation de chaque métal hexagonal met en jeu un glissement principal (basal ou prismatique) et quelques modes de glissement secondaires dans les plans  $\{10\bar{1}1\}$ ,  $\{11\bar{2}2\}$ ,  $(0001)$  et  $\{10\bar{1}0\}$ .

Plans	Directions	Nombre de systèmes
Basal B $(0001)$	$\langle a \rangle$ $\langle 1\bar{2}10 \rangle$	3
Prismatique P $\{10\bar{1}0\}$	$\langle a \rangle$ $\langle 1\bar{2}10 \rangle$	3
Pyramidal $\pi_1$ $\{10\bar{1}1\}$	$\langle a \rangle$ $\langle 1\bar{2}10 \rangle$	6
Pyramidal $\pi_1$ $\{10\bar{1}1\}$	$\langle c+a \rangle$ $\langle 1\bar{2}13 \rangle$	12
Pyramidal $\pi_2$ $\{11\bar{2}2\}$	$\langle c+a \rangle$ $\langle 1\bar{2}13 \rangle$	6

**Tableau I.1 :** Principaux systèmes de glissement dans les métaux hexagonaux.



Zirconium  
à température ambiante :

$$a = 0,323 \text{ nm}$$

$$c = 0,515 \text{ nm}$$

$$(c/a = 1,594)$$

**Figure I.1 :** Principaux plans des systèmes de glissement observés dans les métaux hexagonaux et paramètres de la maille élémentaire pour le zirconium à température ambiante.

### I.1.1 Facilité relative des systèmes de glissement principaux

Le plan de glissement principal varie selon les métaux. C'est soit le plan de base (Cd, Zn, Mg, Co, Be) soit le plan prismatique (Ti, Zr, Hf, Ru). Ce problème de la facilité relative des modes de glissement principaux a été abordé théoriquement par de nombreux auteurs. En particulier, Naka (1983) et Feaugas (1994) proposent des revues non exhaustives des différentes approches. Nous ne citerons ici que le résultat des travaux de Legrand (1985). Ce dernier établit un critère tenant compte des énergies de faute d'empilement dans le plan de base et le plan prismatique ( $\gamma_B$  et  $\gamma_P$ ), critère qui est bien vérifié pour tous les métaux hexagonaux. Si le rapport  $R = \left( \frac{\gamma}{\mu b} \right)_B / \left( \frac{\gamma}{\mu b} \right)_P$  est inférieur à 1, le plan de glissement principal est le plan de base ; sinon c'est

le plan prismatique ( $\mu$  module de cisaillement et  $b$  norme du vecteur de Burgers). Autrement dit, le glissement principal est le glissement présentant la plus petite énergie de faute d'empilement. Par



la suite nous n'aborderons plus que les métaux hexagonaux proche du zirconium- $\alpha$  (Zr- $\alpha$ ), c'est-à-dire  $R > 1$ .

### I.1.2 Glissement $\langle a \rangle$ dans les plans prismatiques (P)

Le glissement prismatique est le glissement principal dans Ti- $\alpha$  et Zr- $\alpha$  mais aussi dans leurs alliages (Levine 1966, Soo *et al.* 1968, Tyson 1968, Mills *et al.* 1968, Aktar *et al.* 1971, Sakai *et al.* 1974, Conrad 1981, Jones *et al.* 1981, Merle 1987, Naka *et al.* 1988, Farenc *et al.* 1993, Regnard *et al.* 1995, Feaugas *et al.* 1996...). On aborde successivement dans ce paragraphe : la nature des dislocations glissant dans le plan prismatique, la contrainte de cisaillement nécessaire pour les mettre en mouvement et les obstacles locaux à leur mouvement. L'accent est mis sur l'effet de la température et la teneur en élément d'alliage (au sens  $O_{eq}$ ).

De récents travaux en MET *in situ* sur monocristaux de Ti- $\alpha$  ont montré qu'à basse température ( $T \leq 473$  K) la déformation plastique est accommodée par le mouvement saccadé des dislocations vis (Farenc *et al.* 1993, 1995). En effet, de façon similaire aux métaux de structure cubique centrée (c.c.), la mobilité des dislocations coins est beaucoup plus importante que celle des vis à basse température. La vitesse de déformation plastique à l'échelle d'un système de glissement peut être exprimée comme  $\dot{\gamma}_p = \rho_s b v_s + \rho_{ns} b v_{ns}$  où  $\rho_s$  et  $\rho_{ns}$  sont les densités de dislocations vis et mixte et  $v_s$  et  $v_{ns}$  leurs vitesses de déplacement respectives. D'après les observations de Farenc *et al.* (1993), l'aire visitée par une dislocation non vis ( $b v_{ns}$  par unité de temps) est nettement plus faible que celle correspondant aux segments vis. Le deuxième terme de l'équation précédente peut donc être négligé et les dislocations vis sont les seules à contrôler la déformation plastique :  $\dot{\gamma}_p \approx \rho_s b v_s$ .

La mobilité des dislocations vis est donc un élément essentiel dans la compréhension des mécanismes de déformation des métaux hexagonaux. Divers observations expérimentales ont montré que la déformation du Ti- $\alpha$ , du Zr- $\alpha$  et de leurs alliages présente des *anomalies* :

- on note des écarts importants à la loi de Schmid et Boas à 20 °C (Sakai *et al.* 1974 pour Ti-Al (%Al < 5 % at.), Naka *et al.* 1988 pour Ti- $\alpha$ ). Cet écart semble disparaître à 500 K (227 °C) dans le cas du Ti-Al (Sakai *et al.* 1974) ;
- on observe une dissymétrie entre l'essai de traction et de compression (Lowden *et al.* 1975, Jones *et al.* 1981 pour le TA6V, Feaugas *et al.* 1996 pour le Ti-6246, Ballinger *et al.* 1981 et Christodoulou 1989 pour le Zircaloy-2) ;
- la force de friction à basse température dans Ti- $\alpha$  et Zr- $\alpha$  est très importante, du même ordre de grandeur que dans les métaux de structure c.c. (Vitek. 1974) ;
- la majorité des dislocations observées après déformation (*post mortem*) sont de caractère vis et des observations *in situ* font apparaître une forte anisotropie de vitesse entre les segments de dislocations vis et coins (Farenc *et al.* 1995).

Ces différentes observations ont conduit plusieurs auteurs à proposer une dissociation (Tyson 1967, Aldinger *et al.* 1977) ou plutôt un étalement non planaire du cœur de la dislocation vis (Sob *et al.* 1975, Naka *et al.* 1988).



### I.1.2.1 Structure de cœur des dislocations $\langle a \rangle$

D'après des observations effectuées par Naka sur un Ti- $\alpha$  monocristallin, la structure de cœur des dislocations coins de type  $\langle a \rangle$  serait étalée dans le plan prismatique (De Crecy *et al.* 1983), alors que le cœur des dislocations vis ne serait pas plan (Naka 1983). En tenant compte du fait que le glissement dévié dans les plans  $\pi_1$  est fréquemment observé pour des températures supérieures à 200 K (-73 °C) (Farenc 1992) et en s'inspirant de la structure de cœur des dislocations  $1/2 \langle 110 \rangle$  dans les métaux c.c. (Vitek 1974), Naka a proposé une structure de cœur des dislocations vis étalée suivant trois plans. Le cœur peut se dissocier en quatre partielles sur un plan prismatique et deux plans pyramidaux  $\pi_1$  (figure I.2). Cette configuration est sessile ; pour pouvoir se déplacer dans le plan prismatique la dislocation doit se recombiner selon une configuration glissile.

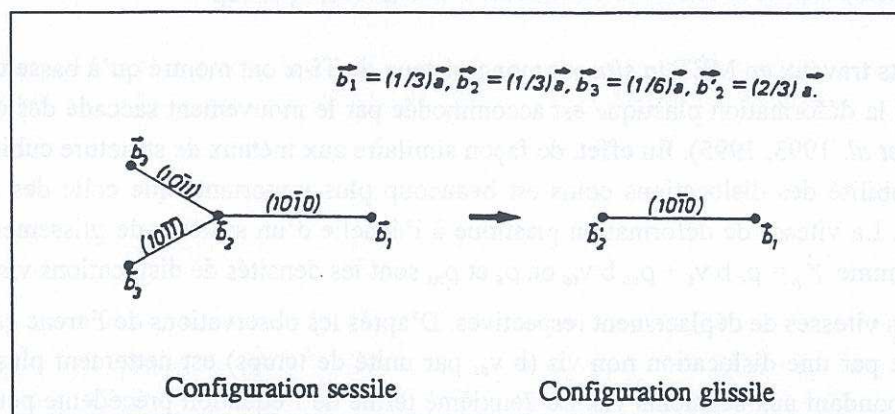


Figure I.2 : Modèle de recombinaison du cœur des dislocations vis.

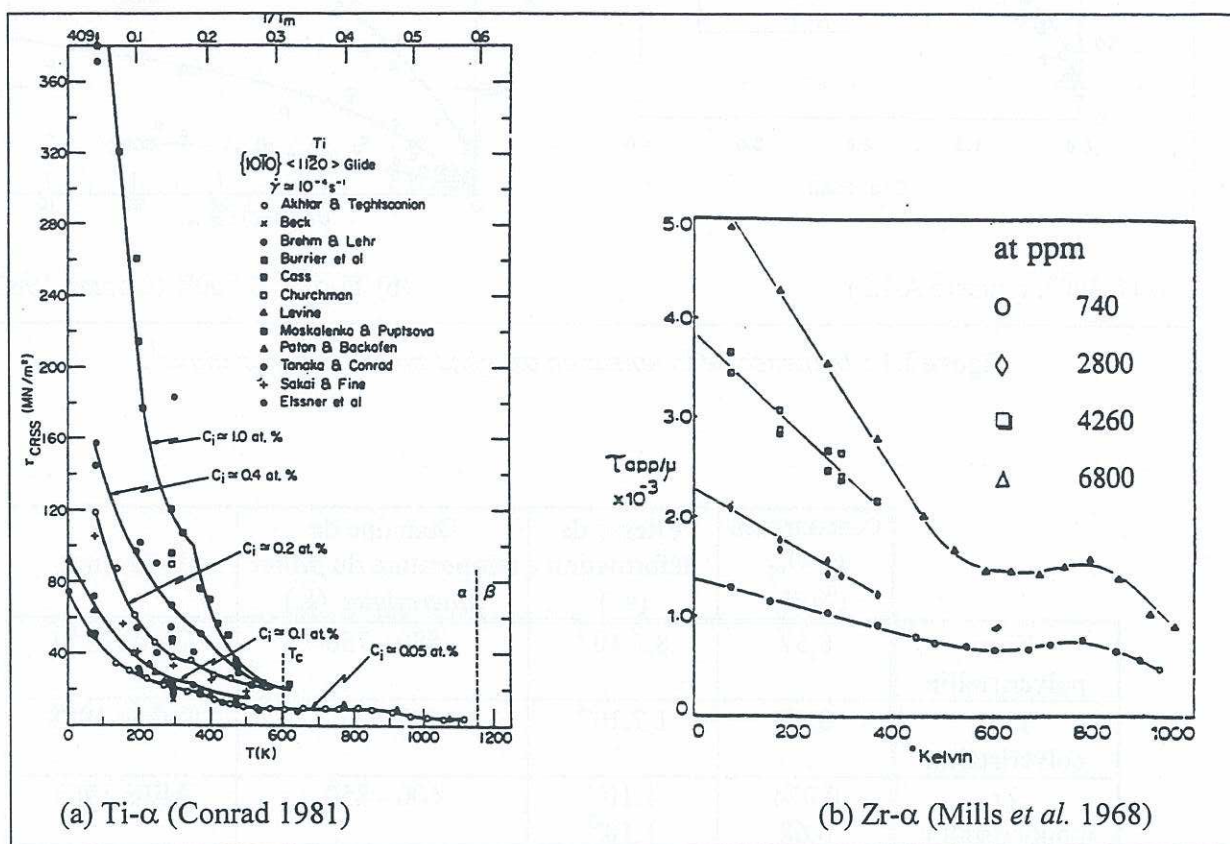
La structure de cœur des dislocations vis n'a jamais été observée expérimentalement. Par contre, la dissociation des dislocations coins sur une distance de 1,2 nm a été mise en évidence dans Ti- $\alpha$  en MET haute résolution par De Crecy *et al.* (1983). En supposant que l'énergie de faute d'empilement est la même pour les dislocations vis et coins, ces auteurs en déduisent une dissociation des segments vis sur 0,8 nm. On ne peut donc pas à proprement parler de dissociation, mais plutôt d'étalement du cœur de la dislocation vis.

Legrand a simulé la structure de cœur des dislocations vis  $\langle a \rangle$  dans le plan prismatique en utilisant un modèle de liaisons atomiques fortes (Legrand 1985). Le modèle conduit à un étalement de 0,9 nm proche de celui évaluée par De Crecy *et al.* (1983). De plus, des étalements secondaires sont observés dans le plan de base. Notons que Vitek *et al.* ont obtenu la même structure de cœur par des calculs analogues (Vitek 1991). Plus récemment Farenc *et al.* (1993) ont observé du glissement dévié dans le plan de base pour des monocristaux de Ti- $\alpha$  de haute pureté (50 ppm d'oxygène) sollicités en glissement simple (prismatique). Des résultats similaires sont relatés par Soo *et al.* (1968) dans des monocristaux de Zr- $\alpha$  de faible concentration en oxygène (78 ppm). Ces derniers résultats confirment le caractère non-plan du cœur des dislocation vis, mais reposent le problème de la nature des plans d'étalement du cœur (basal et/ou pyramidaux). Notons enfin que toutes les simulations relatées précédemment ont été effectuées en l'absence d'oxygène. Cet élément peut modifier la nature des plans d'étalement secondaires comme le suggère Naka (1983).



### 1.1.2.2 Contrainte de cisaillement critique

Comme le montre la figure I.3, la **contrainte de cisaillement critique**  $\tau_c$  est très sensible à la température, en particulier aux basses températures ( $T \leq 500$  K). Cette sensibilité est accrue avec la teneur en interstitiels et en particulier avec la présence d'oxygène (Soo 1968, Conrad 1981, Naka 1983). L'oxygène en insertion entraîne une augmentation de  $\tau_c$  quelle que soit la température. En particulier, la cission critique évolue linéairement avec la racine carrée de la concentration en éléments en insertion dans le domaine thermiquement activé ( $T < 600$  K) (figures I.4a et I.4b). Il semble clair que, **d'un point de vue qualitatif**, le titane et le zirconium peuvent être considérés indifféremment jusqu'à 600 K.



**Figure I.3 :** Cission critique du glissement prismatique en fonction de la température pour différentes teneurs en  $O_{eq}$ . (a) Ti- $\alpha$ , (b) Zr- $\alpha$

Des phénomènes d'interaction dynamique dislocations-éléments en solution (vieillissement dynamique) sont généralement observés pour des températures supérieures à 600 K et des teneurs en oxygène dépassant 1100 ppm en masse (Feaugas 1994, Prioul 1996). Ces phénomènes se traduisent par la présence d'une anomalie sur la variation de la contrainte d'écoulement  $\tau_c$  avec la température (figure I.3.b) ; on parle souvent par abus de langage de *palier athermique*. Un effet de sensibilité inverse à la vitesse se présente généralement dans ce domaine. Quelques exemples de domaines de température présentant cette *anomalie* sont reportés dans le tableau I.2. La teneur en élément d'alliage modifie l'amplitude de ce *palier* (Mills 1968) ; sa position dépend de la vitesse de déformation imposée (Derep 1980, Robinet 1995).



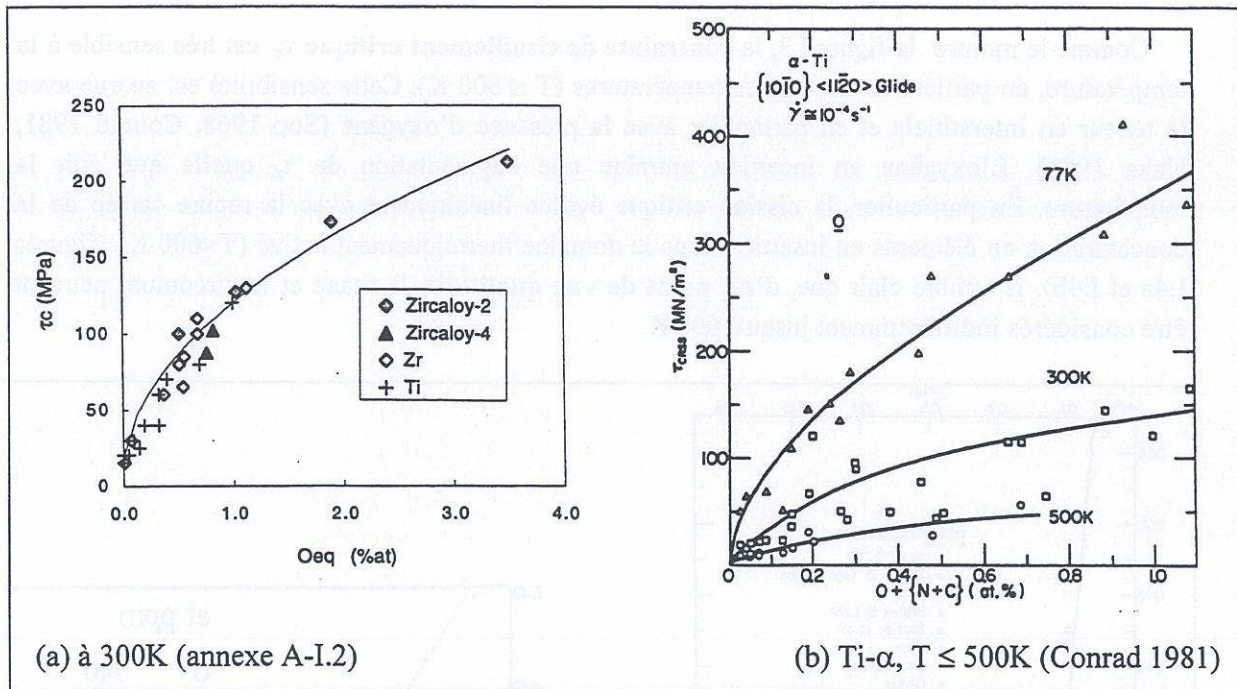


Figure I.4 : Influence de la teneur en oxygène sur la cisssion critique<sup>1</sup>.

	Concentration en $O_{eq}$ (% at.)	Vitesse de déformation ( $s^{-1}$ )	Domaine de température du <i>palier</i> <i>athermique</i> (K)	Référence
Ti-α polycristallin	0,57	$8,3 \cdot 10^{-3}$	580 - 750	Garde 1971
Ti-α polycristallin	0,48	$1,7 \cdot 10^{-4}$	600 - 750	Lukâc 1988
Zr monocristallin	0,074	$1 \cdot 10^{-3}$	600 - 850	Mills 1968
Zr polycristallin	0,68 0,55	$1 \cdot 10^{-3}$ $1,7 \cdot 10^{-4}$	600 - 700	Lukâc 1988
Zircaloy-4 polycristallin	0,8	$3,3 \cdot 10^{-5}$ $3,3 \cdot 10^{-3}$	600 - 700 673 - 773	Derep <i>et al.</i> 1980
Zircaloy-4 polycristallin	0,8	$6,6 \cdot 10^{-7}$ $6,6 \cdot 10^{-4}$	473 - 623 573 - 723	Robinet 1995

Tableau I.2 : Domaines de température présentant une anomalie sur la variation de la contrainte d'écoulement en fonction de la température.

<sup>1</sup> Pour le Zircaloy-2 et le Zircaloy-4, matériaux polycristallins, la cisssion critique a été estimée à partir de la limite d'élasticité macroscopique  $\Sigma_0$ , en considérant un facteur de Taylor de 4, tel que proposé par Derep et al. (1980) :  $\tau_c \approx \Sigma_0/4$ .



### I.1.2.3 Volume et énergie d'activation.

Dans le cadre de la théorie de l'activation thermique, il est possible de décrire l'influence de la **vitesse de déformation et de la température** sur un mécanisme physique donné à l'aide de deux grandeurs : le volume d'activation ( $V$ ) et l'énergie d'activation ( $\Delta H_0$ ). Ces grandeurs, qui ne peuvent être déterminées que sous certaines conditions de température et de déformation (Cagnon 1979), sont associées aux obstacles localisés qui s'opposent au mouvement des dislocations.  $\Delta H_0$  représente la *hauteur intrinsèque* de l'obstacle à franchir (dans le sens de l'énergie nécessaire) et  $V/b$  l'aire balayée par la dislocation pour passer de la position stable à la position critique avant le *décrochement* de la dislocation ( $b$  norme du vecteur de Burgers).  $V$  et  $\Delta H_0$  permettent de déterminer la nature des obstacles qui s'opposent au mouvement des dislocations, notamment en comparant les valeurs obtenues expérimentalement avec celles déduites des différents modèles de déformation plastique. A l'échelle d'un grain, pour une microstructure ( $\mu s$ ) figée, l'énergie d'activation et le volume d'activation s'expriment à l'aide des expressions suivantes (annexe A-I.1) :

$$\Delta H = kT^2 \left[ \frac{\partial \ln(\dot{\gamma}_p)}{\partial T} \right]_{\sigma, \mu s} \quad \text{et} \quad V = kT \left[ \frac{\partial \ln(\dot{\gamma}_p)}{\partial \tau} \right]_{T, \mu s}$$

$T$  étant la température et  $k$  la constante de Boltzmann.

Le volume d'activation exprime la sensibilité à la vitesse de déformation plastique : plus  $V$  est grand, moins le matériau est sensible à la vitesse de déformation.

Sur les figures I.5a et I.5b sont représentées l'influence de la température et de la teneur en oxygène sur le volume d'activation de différents alliages de zirconium et de titane. Deux pics sont observés, l'un entre 300 K et 350 K est supposé associé à l'activation du glissement dévié (Naka 1983) et l'autre entre 600 K et 650 K correspondrait à des mouvements non conservatifs de crans sur les dislocations vis (Derep *et al.* 1980)<sup>2</sup>. L'évolution à 300 K du volume d'activation en fonction de la concentration en oxygène montre clairement qu'il n'existe pas de différence entre le Ti- $\alpha$ , le Zr- $\alpha$  et le Zircaloy-4 ; seule la teneur en oxygène semble affecter de façon significative le volume d'activation (figure I.5c). Par contre, l'énergie d'activation ne dépend pas de la teneur en oxygène (figure I.5d) et reste relativement constante pour des températures inférieures à 600 K ( $\Delta H_0 = 1 \text{ eV} \pm 0,2 \text{ eV}$ ).

Nous retiendrons, dans le cadre de l'étude du Zircaloy-4, les valeurs de  $50 \text{ b}^3$  et  $1 \text{ eV}$  respectivement pour le volume et l'énergie d'activation du glissement prismatique à 300 K (température ambiante) et de  $400 \text{ b}^3$  pour le volume d'activation à 623 K (350 °C).

<sup>2</sup> Nous verrons au chapitre V, lors de la discussion sur l'effet de la température, que ces interprétations sont erronées.

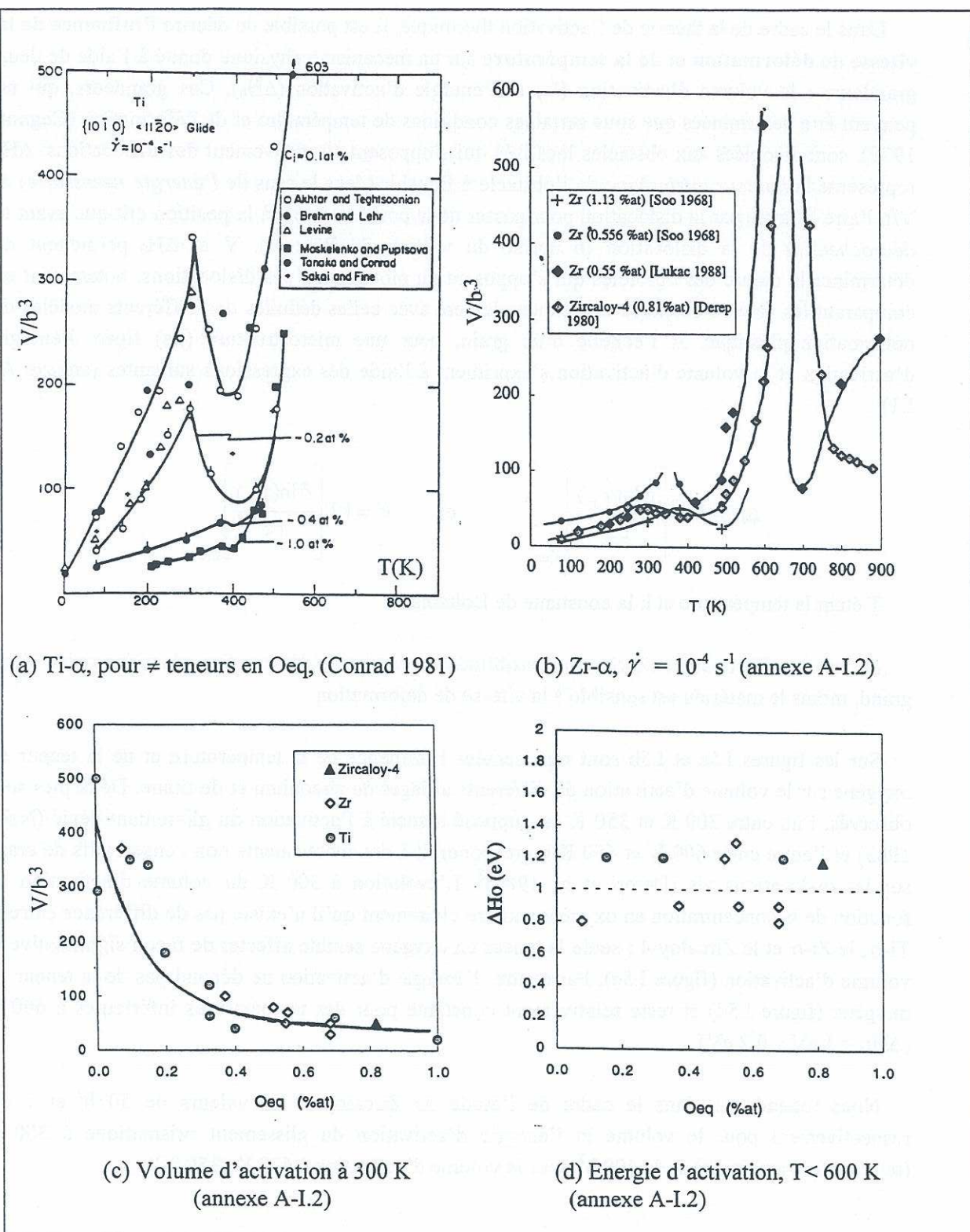
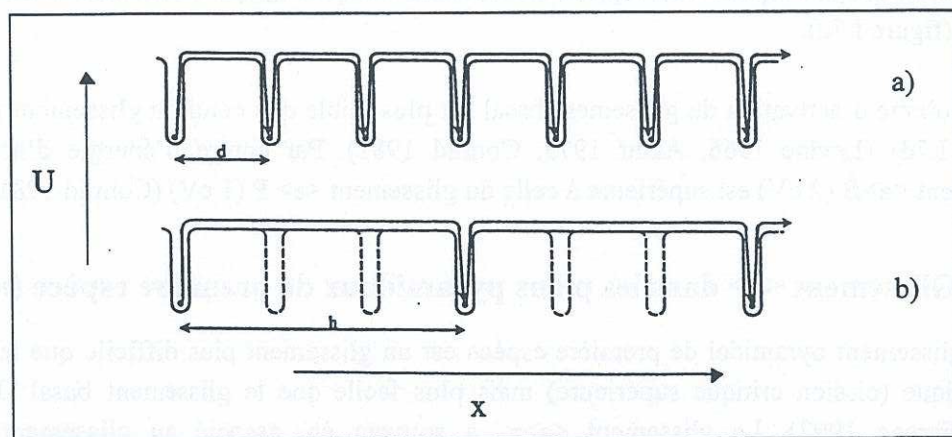


Figure I.5 : Volume d'activation ( $V$ ) du glissement  $\langle a \rangle P$  en fonction de la température dans Ti- $\alpha$  (a) et Zr- $\alpha$  (b). Influence de la teneur en oxygène sur le volume d'activation (c) et l'énergie d'activation (d).



Il semble clair que les propriétés mécaniques du glissement prismatique soient sensibles à l'interaction élastique entre dislocations vis et les impuretés interstitielles. De récents travaux (Naka *et al.* 1988, Farenc *et al.* 1993) ont montré que le mouvement des dislocations vis dans les plans prismatiques est contrôlé par une **force de friction de Peierls**. Naka propose un mécanisme de Peierls modifié où la force de friction exercée à basse température n'est plus due aux liaisons atomiques mais à **l'étalement du cœur** (Naka 1983). Les dislocations se déplacent par transition thermiquement activée sessile-glissile (figure I.2). Il faut recombinaison le cœur sur une longueur de dislocation critique et courber le segment jusqu'à une position d'instabilité. Le double décrochement se propage de manière irréversible puis le cœur se dissocie à nouveau dans la rangée cristallographique suivante (figure I.6a). Le durcissement par les impuretés est décrit comme une interaction chimique entre le cœur de la dislocation et les impuretés. Ce modèle présente des limites puisqu'il ne permet pas d'avoir des aires d'activation aussi grandes que celles mesurées (de l'ordre de  $100 b^2$ ).



**Figure I.6 : Mécanismes de Peierls (a) et de blocage-déblocage (b) (Farenc *et al.* 1995).**

Plus récemment Farenc *et al.* (1993), ayant observé un mouvement discontinu des dislocations vis de type  $\langle a \rangle$ , proposent de modifier le modèle introduit par Naka en supposant que les dislocations ne passent pas par toutes les vallées de Peierls (figure I.6b) mais se déplacent par une série de sauts de longueur  $h$  entre des positions sessiles. Une bonne estimation des aires d'activation est alors obtenue à basse température ( $T \leq 473$  K). Lors de son déplacement entre deux positions sessiles, la dislocation vis ne semble pas être affectée par les impuretés (Farenc 1992). Par contre celle-ci peut être épinglée par ces dernières lorsque le cœur s'étale à nouveau dans sa configuration sessile. La phase de déblocage suivante sera plus lente, la dislocation devant se libérer progressivement de tous ses ancrages.

### I.1.3 Glissement $\langle a \rangle$ dans le plan de base (B)

Ce mode de glissement secondaire a souvent été relaté dans la littérature (Churchman 1954, Levine 1966, Williams *et al.* 1968, Aktar 1975, Paton *et al.* 1970, 1973, Jones *et al.* 1980, Farenc *et al.* 1993, Feaugas 1994, Pelissié 1996, Lecomte *et al.* 1997). Son caractère défavorable vis-à-vis du glissement prismatique semble être associé à son énergie de faute d'empilement plus importante que celle obtenue dans ce dernier (Legrand 1985). Ce système est généralement activé pour des orientations de sollicitation qui lui sont favorables et/ou des niveaux de déformation plastique



importants. De plus, récemment, dans un titane de faible teneur en oxygène (50 ppm at.), Farenc *et al.* (1993) ont identifié le plan de base comme plan de déviation des dislocations vis se déplaçant initialement dans un plan prismatique pour  $T \geq 155$  K. Ce mécanisme ne semble pas être actif pour des concentrations en oxygène plus importantes. Bien qu'il n'y ait pas eu d'étude précise de la structure de cœur des dislocations  $\langle a \rangle$  se déplaçant dans le plan de base, il semble que celle-ci soit planaire d'après les résultats de Jones *et al.* (1981). En effet, ce système de glissement est peu sensible à la contrainte normale au plan de glissement.

La cisssion critique du glissement basal est plus importante que celle du glissement prismatique dans une large gamme de température (figures I.7a et I.7b). De plus, celle-ci décroît plus rapidement en fonction de la température dans le cas du glissement basal que dans le cas du glissement prismatique. C'est une fonction croissante de la concentration en éléments en insertion (figure I.7c) (Conrad 1981). Cependant ce système est moins sensible à la teneur en oxygène que le système de glissement prismatique. Le Zircaloy-4 présente une teneur en oxygène de l'ordre de 0,8 % at., ce qui correspond à un rapport des cisssions critiques  $\tau_B/\tau_P$  à 300 K de l'ordre de 1,4 pour le Ti- $\alpha$  (figure I.7c).

Le volume d'activation du glissement basal est plus faible que celui du glissement prismatique (figure I.7d) (Levine 1966, Aktar 1975, Conrad 1981). Par contre, l'énergie d'activation du glissement  $\langle a \rangle B$  (2 eV) est supérieure à celle du glissement  $\langle a \rangle P$  (1 eV) (Conrad 1981).

#### I.1.4 Glissement $\langle a \rangle$ dans les plans pyramidaux de première espèce ( $\pi_1$ )

Le glissement pyramidal de première espèce est un glissement plus difficile que le glissement prismatique (cisssion critique supérieure) mais plus facile que le glissement basal (Jones *et al.* 1981, Farenc 1992). Le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  a souvent été associé au glissement dévié des dislocations vis se déplaçant initialement dans un plan prismatique (Naka 1983, Yoo 1981, Farenc 1993, Feaugas 1994) ou le plan basal (Naka 1983). Certains auteurs supposent que ce glissement ne peut intervenir que lors du glissement dévié (Yoo 1981). Cependant, Jones *et al.* (1981) et Lecomte *et al.* (1997) dans le Ta6V, Farenc *et al.* (1993) dans Ti- $\alpha$ , Feaugas (1998) dans Ti- $\alpha/\beta$  et Regnard *et al.* (1995) dans le Zircaloy-4 ont observé du glissement pyramidal simple. De plus Farenc (1992) relate, dès 155 K, la même anisotropie de vitesse entre dislocations vis et coins que celle des dislocations glissant dans le plan prismatique et le même mouvement saccadé témoignant d'un étalement non-planaire du cœur.

Pour une nuance de titane de haute pureté (52 ppm at.), la cisssion critique de  $\langle a \rangle \pi_1$  à 150 K est de 65 MPa contre 35 MPa pour le glissement prismatique (Farenc 1992). Il semble, toujours d'après les mêmes travaux, que le glissement  $\pi_1$  soit moins sensible aux impuretés que le glissement prismatique (Naka 1983) et qu'il devient aussi facile que le glissement principal pour des teneurs en oxygène de 3270 ppm at. (Farenc 1992). Churchman (1954) rapporte pour du Ti- $\alpha$ , pour une teneur en oxygène de 3000 ppm, une cisssion critique de 97 MPa pour le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$ , valeur supérieure à celle du glissement prismatique ( $\tau_P = 63$  MPa) et proche de celle du glissement basal ( $\tau_B = 98$  MPa).



Notons enfin que Williams *et al.* (1971) ont montré dans Ti- $\alpha$  à 300 K que le glissement prismatique restait planaire, lors d'essais de traction interrompus à 2 %, pour des concentrations en oxygène supérieures à 1 % at., démontrant ainsi que le glissement dévié  $\langle a \rangle \pi_1$  devenait difficile.

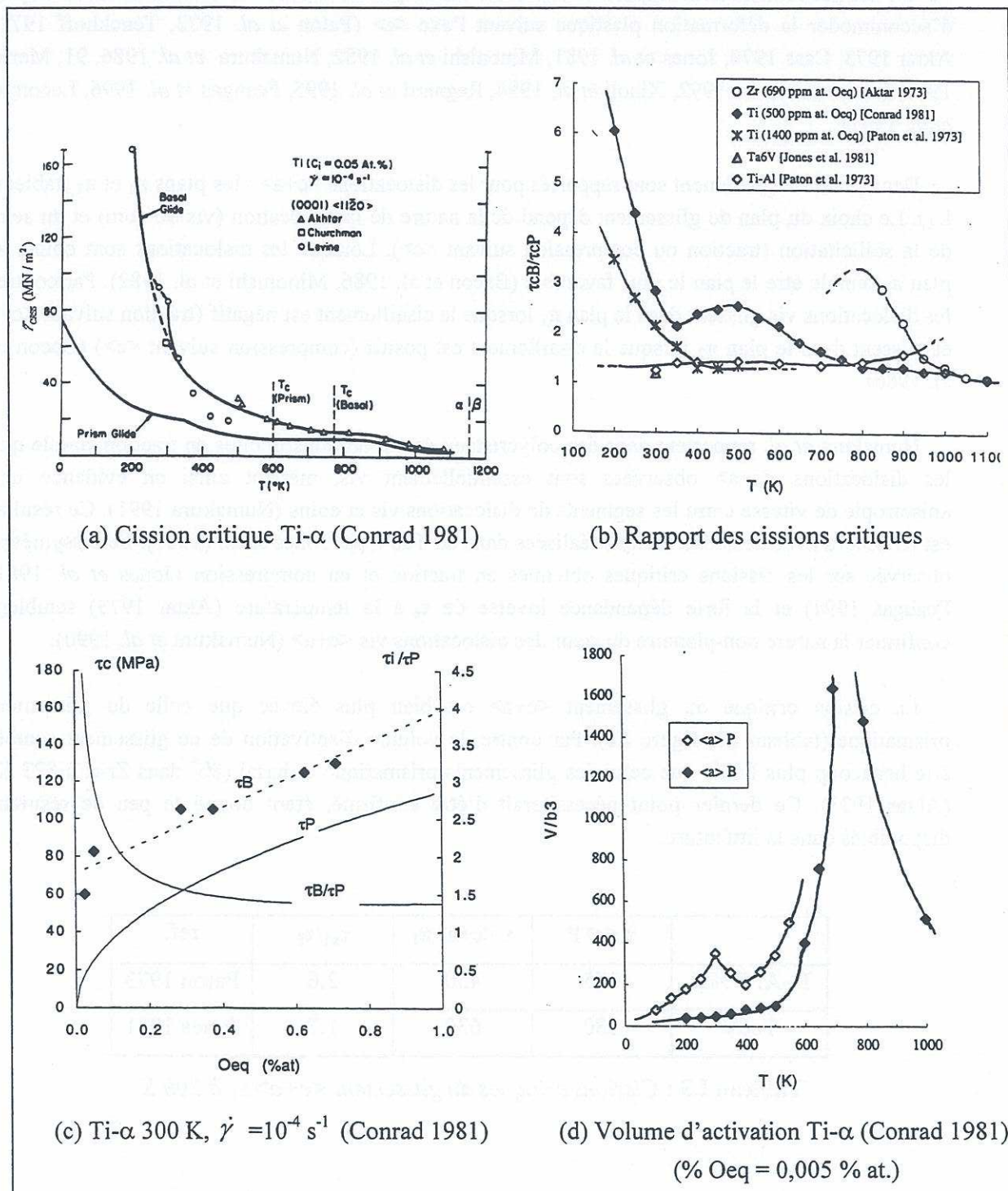


Figure I.7 : Cission critique et volume d'activation du glissement basal.



### I.1.5 Glissement $\langle c+a \rangle$ dans les plans pyramidaux ( $\pi_1$ et $\pi_2$ )

L'activation d'un mode de glissement possédant une composante suivant  $\langle c \rangle$  a souvent été évoquée pour expliquer la forte ductilité de Zr- $\alpha$  et Ti- $\alpha$  (Yoo 1981). Dans cet esprit, le glissement  $\langle c+a \rangle$  est particulièrement important ; il a été relaté par de nombreux auteurs comme moyen d'accommoder la déformation plastique suivant l'axe  $\langle c \rangle$  (Paton *et al.* 1973, Tenckhoff 1972, Aktar 1973, Cass 1970, Jones *et al.* 1981, Minonishi *et al.* 1982, Numakura *et al.* 1986, 91, Merle 1987, Pochettino *et al.* 1992, Xiaoli *et al.* 1994, Regnard *et al.* 1995, Feaugas *et al.* 1996, Lecomte *et al.* 1997).

Deux plans de glissement sont rapportés pour les dislocations  $\langle c+a \rangle$  : les plans  $\pi_1$  et  $\pi_2$  (tableau I.1). Le choix du plan de glissement dépend de la nature de la dislocation (vis ou coin) et du sens de la sollicitation (traction ou compression suivant  $\langle c \rangle$ ). Lorsque les dislocations sont coins, le plan  $\pi_2$  semble être le plan le plus favorable (Bacon *et al.* 1986, Minonishi *et al.* 1982). Par contre, les dislocations vis glissent dans le plan  $\pi_1$  lorsque le cisaillement est négatif (traction suivant  $\langle c \rangle$ ) et glissent dans le plan  $\pi_2$  lorsque le cisaillement est positif (compression suivant  $\langle c \rangle$ ) (Bacon *et al.* 1986).

Numakura *et al.* rapportent dans des polycristaux de zirconium sollicités en traction simple que les dislocations  $\langle c+a \rangle$  observées sont essentiellement vis, mettant ainsi en évidence une anisotropie de vitesse entre les segments de dislocations vis et coins (Numakura 1991). Ce résultat est en accord avec des observations réalisées dans un Ta6V par Jones *et al.* (1981). La dissymétrie observée sur les cisssions critiques obtenues en traction et en compression (Jones *et al.* 1981, Feaugas 1994) et la forte dépendance inverse de  $\tau_c$  à la température (Aktar 1973) semblent confirmer la nature non-planaire du cœur des dislocations vis  $\langle c+a \rangle$  (Numakura *et al.* 1990).

La cisssion critique du glissement  $\langle c+a \rangle$  est bien plus élevée que celle du glissement prismatique (tableau I.3, figure I.8). Par contre, le volume d'activation de ce glissement semble être beaucoup plus faible que celui des glissements prismatique et basal ( $8b^3$  dans Zr- $\alpha$  à 823 K) (Aktar 1973). Ce dernier point nécessiterait d'être confirmé, étant donné le peu de résultats disponibles dans la littérature.

	$\tau_{\langle a \rangle P}$	$\tau_{\langle c+a \rangle \pi_1}$	$\tau_{\pi_1}/\tau_P$	ref.
Ti-Al 7 %at.	175	450	2.6	Paton 1973
Ta6V	380	630	1.7	Jones 1981

**Tableau I.3 :** Cisssions critiques du glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  à 300 K.

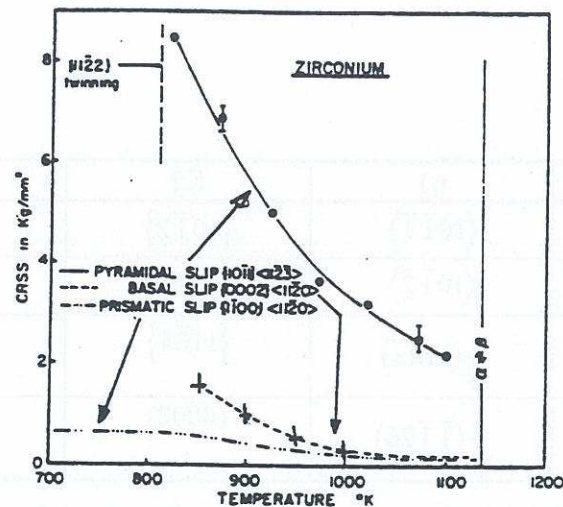


Figure I.8 : Evolution de la cission critique de glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  en fonction de la température dans le zirconium- $\alpha$  (Aktar 1973).

## I.2 LES SYSTEMES DE MACLAGE

Les systèmes de maclage les plus communément observés dans les métaux hexagonaux sont au nombre de quatre (tableau I.4) (Yoo 1981). Le plan  $K1$  et la direction  $\eta1$  sont respectivement le plan et la direction de cisaillement alors que le plan  $K2$  et la direction  $\eta2$  sont les invariants du maclage. Comme le glissement  $\langle c+a \rangle$ , le maclage permet d'accommoder une partie de la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ .

Aktar (1975) a montré dans  $Ti-\alpha$  que le maclage  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$  se développe dans les échantillons où l'axe  $\langle c \rangle$  est proche de l'axe de traction et le maclage  $\{11\bar{2}1\} \langle 11\bar{2}6 \rangle$  dans les grains ayant l'axe  $\langle c \rangle$  à  $50^\circ$  de l'axe de traction. Par contre, en compression suivant  $\langle c \rangle$ , c'est le maclage  $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$  qui prédomine à basse température ( $T < 625$  K) alors que le maclage  $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$  devient prépondérant à température plus élevée (Paton *et al.* 1970).

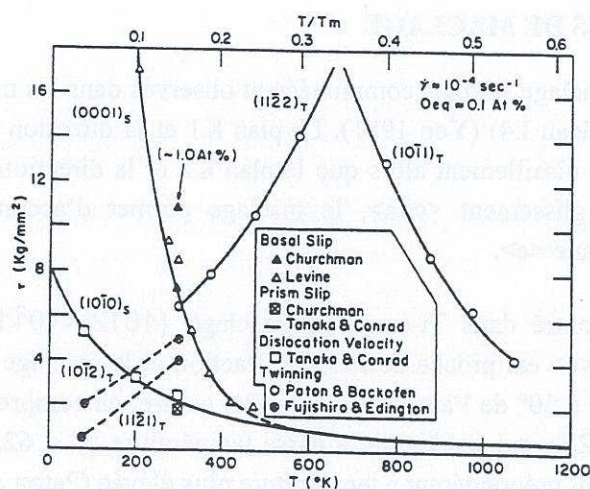
A l'exception du système  $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$ , les cissions critiques des systèmes de maclage augmentent avec la température, rendant ceux-ci défavorables à haute température (figure I.9) (Paton *et al.* 1973, Conrad 1981).

La présence d'impuretés a un effet important sur la disparition du maclage comme mode de déformation (Garde *et al.* 1973). La présence d'oxygène favorise le glissement  $\langle c+a \rangle$  au dépend du maclage (Fundenberger *et al.* 1990). Fundenberger *et al.* (1990) montrent, en particulier, que la fraction volumique de maclage diminue lorsque le pourcentage d'oxygène en solution augmente.



K1	$\eta_1$	K2	$\eta_2$
$\{10\bar{1}2\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$
$\{10\bar{1}1\}$	$\langle 10\bar{1}2 \rangle$	$\{10\bar{1}3\}$	$\langle 30\bar{3}2 \rangle$
$\{11\bar{2}2\}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\{11\bar{2}4\}$	$\frac{1}{3}\langle 22\bar{4}3 \rangle$
$\{11\bar{2}1\}$	$\frac{1}{3}\langle \bar{1}\bar{1}26 \rangle$	(0002)	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$

Tableau I.4 : Systèmes de maclage dans les métaux hexagonaux.

Figure I.9 : Influence de la température sur les cisssions critiques des différents systèmes de maclage dans  $\text{Ti-}\alpha$  sollicité en compression simple (Conrad 1981).

### I.3 INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAIN

Comme de nombreux métaux, le comportement du zirconium et du titane sont sensibles à la taille de grain. La contrainte d'écoulement vérifie une loi de type Hall-Petch :  $\Sigma = \Sigma_0 + K \cdot d^{-1/2}$  où  $K$  et  $\Sigma_0$  dépendent de la déformation plastique (figures I.10a et I.10b). Notons, de plus, que les valeurs de  $K$  sont du même ordre de grandeur que celles obtenues dans les métaux c.f.c. et c.c. (figure I.10d). Pour Ti- $\alpha$ ,  $K$  est indépendant de la teneur en oxygène ( $O_{eq} < 1 \text{ \% at.}$ ), seul  $\Sigma_0$  augmente (Conrad 1981). Enfin,  $K$  diminue en fonction de la température ; la contrainte d'écoulement devient alors moins sensible à la taille de grain (Ramani *et al.* 1972, Conrad 1981).

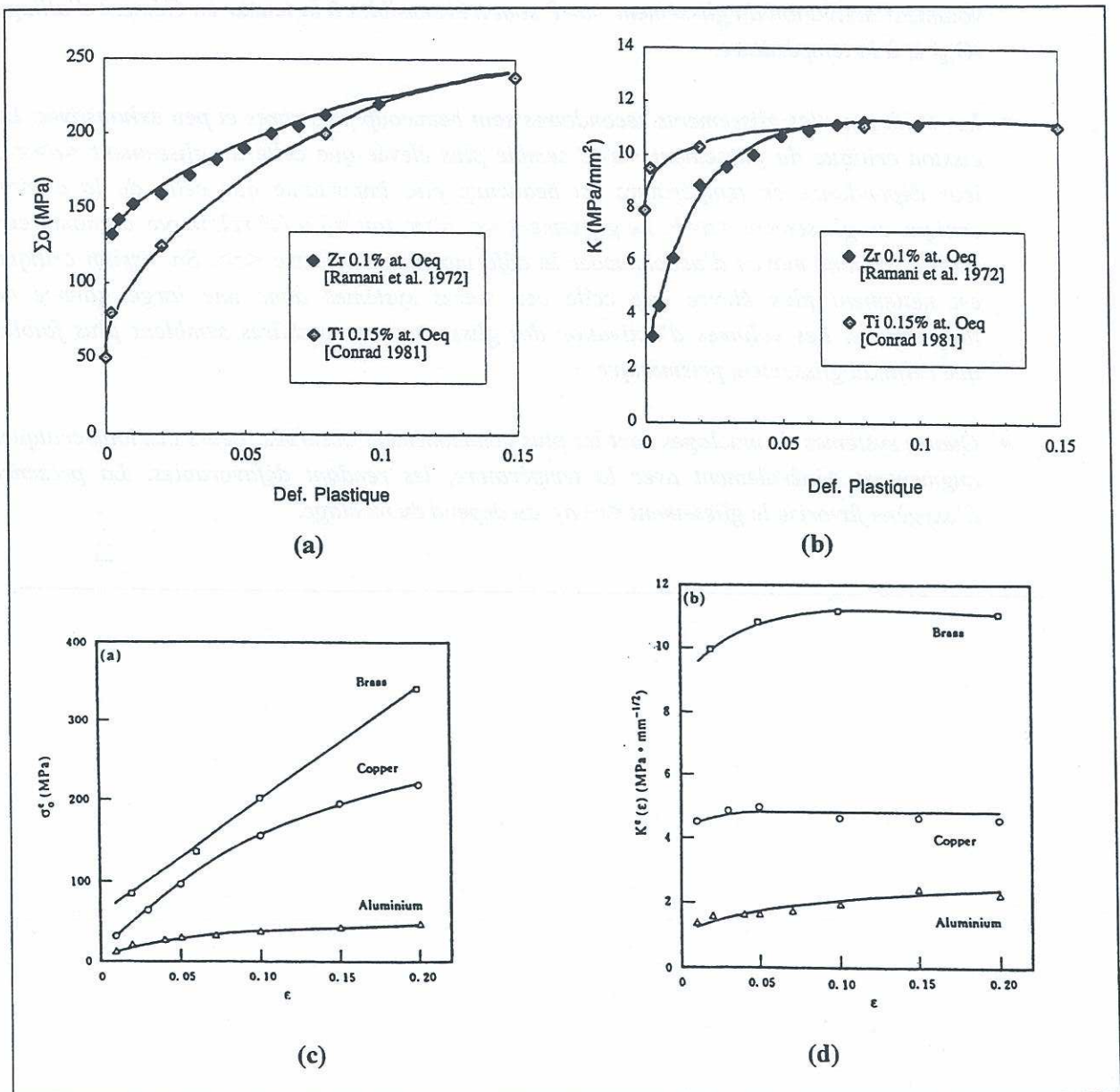


Figure I.10 : Evolution des coefficients de la loi de Hall-Petch à 300 K pour Ti- $\alpha$  et Zr- $\alpha$  (a et b) (Conrad 1981, Ramani *et al.* 1972) et pour des métaux c.f.c. et c.c. (c et d) (Jiang *et al.* 1995)



---

*En résumé*

---

*Les principaux résultats disponibles dans la littérature sur les mécanismes de déformation des alliages de zirconium- $\alpha$  et de titane- $\alpha$  sont rappelés ici.*

- \* Le glissement prismatique  $\langle a \rangle P$  est le glissement principal dans les alliages de titane et de zirconium. Pour les basses températures ( $T \leq 600$  K), il présente une différence de mobilité entre les segments de dislocations coins et vis, résultant d'une forte friction de réseau pour ces derniers. Des écarts à la loi de Schmid et Boas sont aussi notés. Ces différents aspects ont été associés à une structure de cœur non planaire des dislocations, la question restant posée quant à la nature du plan d'étalement (basal ou pyramidal). La cission critique et le volume d'activation du glissement  $\langle a \rangle P$  sont très sensibles à la teneur en élément d'alliage ( $O_{eq}$ ) et à la température.*
- \* Les études sur les glissements secondaires sont beaucoup plus rares et peu exhaustives. La cission critique du glissement  $\langle a \rangle B$  semble plus élevée que celle du glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  ; leur dépendance en température est beaucoup plus importante que celle de la cission critique du glissement  $\langle a \rangle P$ . Le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  (ou  $\pi_2$ ) a été relaté par de nombreux auteurs comme moyen d'accommoder la déformation selon l'axe  $\langle c \rangle$ . Sa cission critique est nettement plus élevée que celle des autres systèmes dans une large gamme de température. Les volumes d'activation des glissements secondaires semblent plus faibles que celui du glissement prismatique.*
- \* Quatre systèmes de maclages sont les plus communément observés. Leurs cissions critiques augmentent généralement avec la température, les rendant défavorables. La présence d'oxygène favorise le glissement  $\langle c+a \rangle$  au dépend du maclage.*











---

## Chapitre II

### Les matériaux de l'étude

---

*Pour développer une modélisation phénoménologique du comportement élasto-viscoplastique anisotrope des alliages de Zirconium, Robinet (1995) a travaillé sur des tubes guides en Zircaloy-4, en avant dernière passe de laminage. La démarche de notre étude a été de travailler dans un premier temps sur le produit d'étude testé au LMA-RC, dans l'état recristallisé [Robinet (1995)], puis de valider l'approche sur tubes de gaine dans un deuxième temps. L'intérêt de cette démarche est de bénéficier de la base de données élaborée au LMA-RC. Cependant, les chargements subis par les éprouvettes testées au LMA-RC ne permettaient pas de réaliser une étude pertinente des systèmes de déformation. Ceci nous a donc conduit à concevoir une matrice d'essais spécifique pour l'observation des systèmes de déformation. Ces essais ont été effectués sur des tubes prélevés sur une coulée différente de celle des tubes utilisés par Robinet. Les procédés de fabrication des tubes guides ayant évolué, certaines caractéristiques sont apparues différentes du produit initial.*

*Pour l'étude sur produit industriel, les tubes de gaine utilisés dans notre étude sont analogues aux tubes en Zircaloy-4 actuellement utilisés en réacteur, mais dans l'état métallurgique recristallisé.*

*Ces produits seront respectivement nommés dans la suite du document : U483 et U556 pour les tubes guide en avant dernière passe de laminage et X1 Rx pour les tubes de gaine.*

*La présentation de ces alliages est effectuée dans le premier paragraphe de ce chapitre (composition chimique et dimension des tubes). Les résultats des caractérisations métallurgiques sont présentés dans le second paragraphe.*



Eléments d'alliage	Cr	Fe	Sn	O	Zr	
	0,11	0,21	1,3	0,13	balance	
Impuretés p.p.m.	Al	C	H	Hf	N	Si
	29	140	5	58	24	99

**Tableau II.1 : Composition pondérale du produit U483 (Poids %).**

Eléments d'alliage	Cr	Fe	Sn	O	Zr	
	0,11	0,21	1,3	0,125	balance	
Impuretés p.p.m.	Al	C	H	Hf	N	Si
	20	140	5	50	28	95

**Tableau II.2 : Composition pondérale du produit U556 (Poids %).**

Eléments d'alliage	Cr	Fe	Sn	O	Zr	
	0,11	0,21	1,26	0,132	balance	
Impuretés p.p.m.	Al	C	H	Hf	N	Si
	30-35	125-145	9-11		30-35	50

**Tableau II.3 : Composition pondérale du produit X1 Rx (Poids %).**

Produit :	U483	U556	X1 Rx
Diamètre externe : Φ <sub>ext</sub> (mm)	14,3	14,5	9,495
Epaisseur : e (mm)	1,21	1,3	0,575

**Tableau II.4 : Dimensions des produits de l'étude.**

## II.1 PRESENTATION DES PRODUITS ETUDIES

Les tubes U483 et U556 ont été fournis directement par CEZUS ; il s'agit de tubes guides en avant dernière passe de laminage. Leur composition chimique moyenne obtenue sur billette (éléments d'alliage et principales impuretés) est donnée dans les tableaux II.1 et II.2. Pour les tubes U483, des analyses complémentaires ont été effectuées. Les résultats se sont révélés très proches et homogènes.

Les tubes X1 Rx, fabriqués également par CEZUS, nous ont été fournis par le CEA dans le cadre d'accord de recherches tripartites entre EDF, le CEA et FRAMATOME. Les valeurs de la composition chimique, obtenue par analyses sur tubes, sont fournies dans le tableau II.3. Elles sont très proches des valeurs obtenues pour les tubes précédents. Cette composition correspond à l'optimisation proposée par Framatome dans les années 80 vis-à-vis de la tenue à la corrosion : baisse de la teneur en étain et augmentation des teneurs en fer et oxygène pour conserver les propriétés mécaniques.

L'oxygène est introduit lors du processus de fabrication sous forme de poudre de  $ZrO_2$  (Lemaignan et Motta 1995). Son rôle est d'augmenter la résistance mécanique de l'alliage : une augmentation de 1000 ppm d'oxygène augmente la limite d'élasticité de 150 MPa à température ambiante (Armand et al. 1965). Il permet d'étendre le domaine  $\alpha$  dans le diagramme de phase par formation d'interstitiels en solution solide. Exprimée en pourcentage d'atomes, la concentration en oxygène des produits étudiés est de 0,8 % at.

L'étain utilisé pour augmenter la résistance à la corrosion est également un stabilisateur de la phase  $\alpha$ . Il a un impact limité sur les propriétés mécaniques.

Le fer et le chrome, ajoutés accidentellement aux premiers alliages de zirconium à base d'étain par la pollution d'un acier inoxydable lors de la fusion d'un lot, ont conduit à une amélioration de la résistance à la corrosion. Cet incident est à l'origine des Zircaloy-2 et 4. Leur solubilité étant très faible dans la phase  $\alpha$ , ils se retrouvent sous forme de précipités dans le produit final, dont la taille joue un rôle prépondérant dans les cinétiques de corrosion (Lemaignan et Motta 1995).

Les dimensions des trois produits sont données dans le tableau II.4. Pour le produit X1 Rx, un contrôle dimensionnel des échantillons a été effectué systématiquement avant et après essai (cf. annexe A-III). Pour l'ensemble des éprouvettes testées (prélevées dans trois tubes du même lot), les écarts type sur les mesures de diamètre et d'épaisseur sont inférieurs à 5  $\mu m$ .

Les tubes ont subi un traitement thermique de recristallisation de 4 à 5 heures à  $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



## II.2 CARACTERISATION METALLURGIQUE

### II.2.1 Microstructure

La microstructure a été observée en microscope optique en lumière polarisée. Le traitement de recristallisation conduit à la formation de grains équiaxes de 9  $\mu\text{m}$  de taille moyenne. Les figures II.1 a et b présentent les micrographies optiques obtenues pour le produit U483 sur des échantillons prélevés respectivement dans les directions axiale et transversale des tubes. Aucune différence n'est à noter entre les deux plans d'observation. Pour affiner ces propos, nous avons mesuré les tailles de grains dans les deux plans d'observation pour des populations de 50 grains (figure II.2). Les dimensions relevées, ramenées à un diamètre équivalent pour un grain sphérique, sont comprises entre 3 et 19  $\mu\text{m}$ , pour une valeur moyenne de 9  $\mu\text{m}$  ; aucune différence notable n'est visible entre les deux directions de prélèvement sur les histogrammes de taille de grains.

Cette analyse a également été menée sur les produits U556 et X1 Rx (figures II.3 et II.4) ; les tailles moyennes de grains sont respectivement de 8,5 et de 9  $\mu\text{m}$ .

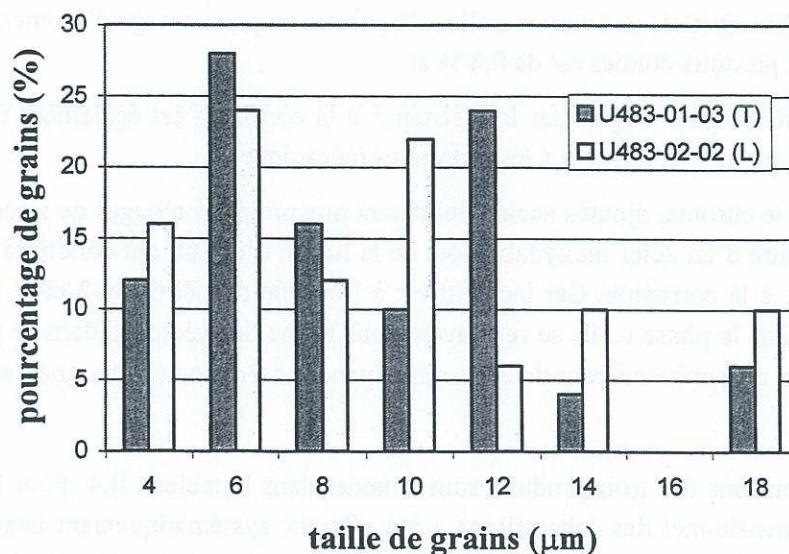
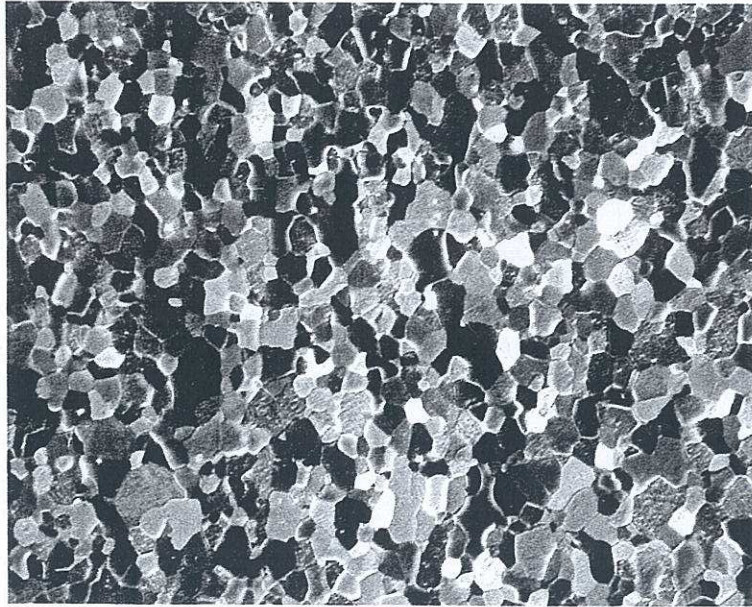
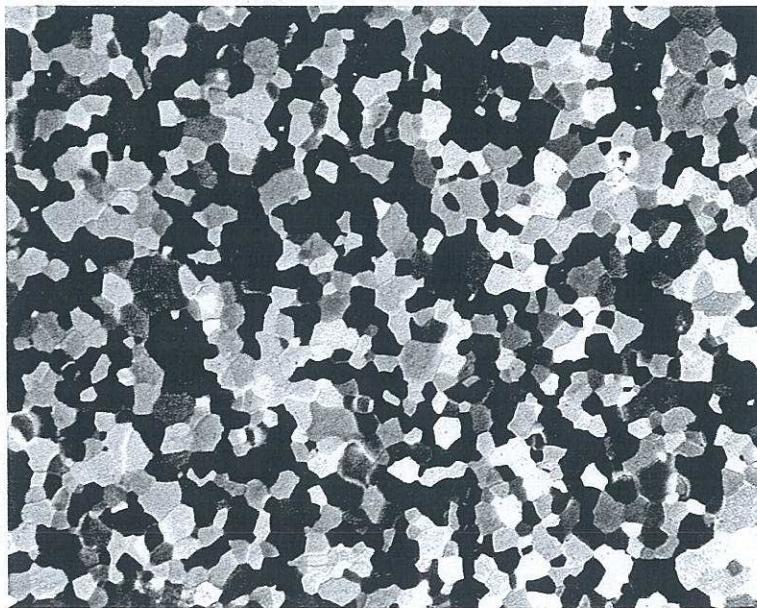


Figure II.2 : Histogramme des tailles de grains pour le produit U483 ; coupes longitudinales et transversales.



*a) Coupe longitudinale (x400)*



*b) Coupe transversale (x400)*

**Figure II.1 :** *Observation du produit U483 en microscopie optique.*



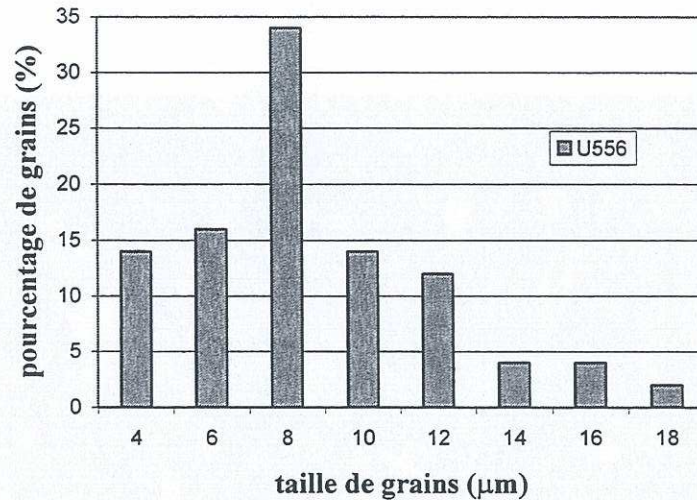


Figure II.3 : Histogramme des tailles de grains, produit U556.

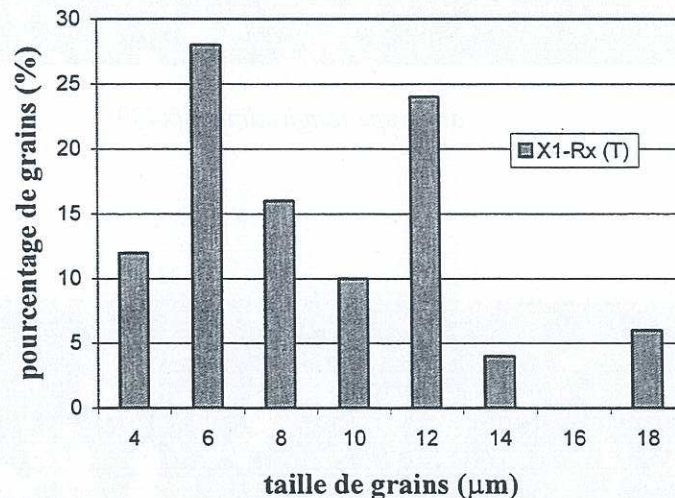


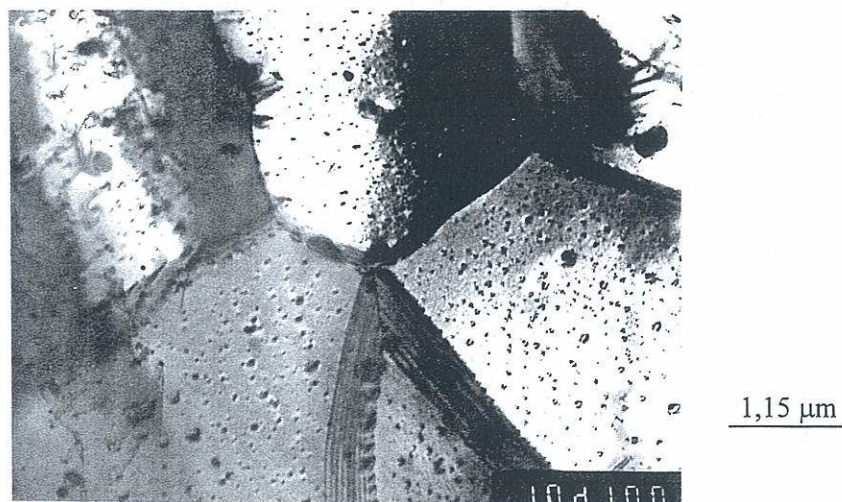
Figure II.4 : Histogramme des tailles de grains, produit X1 Rx.

L'observation en Microscopie Electronique en Transmission (MET) du Zircaloy-4 révèle la présence essentiellement de deux types de précipités : précipités de lave  $\text{Zr(Fe,Cr)}_2$  et des hydrures (figure II.5). Les précipités  $\text{Zr(Fe,Cr)}_2$  de structure hexagonale ont des paramètres de maille ( $a = 0.474 \text{ nm}$  et  $c = 0.816 \text{ nm}$ ) proches de ceux proposés dans la littérature (Chemelle et al. 1983, Yang et al. 1986). Ils présentent parfois des fautes d'empilements (figure II.5). Vu leur faible proportion, ces précipités ne semblent pas avoir d'influence sur le comportement élasto-plastique de l'alliage non-irradié. Les hydrures sont de taille plus faible ( $0,05 \mu\text{m}$ ) et de structure cubique (probablement des hydrures  $\delta$  (c.f.c.)). La présence d'hydrures est associée à la faible solubilité de l'hydrogène dans le zirconium à température ambiante (1 ppm at.) (Weatherly 1980).

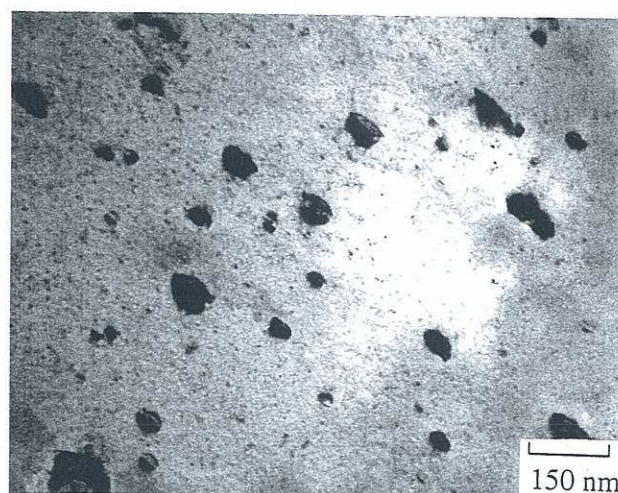
Pour le produit U556, les observations en MET décèlent la présence de grains non totalement restaurés. La figure II.6 montre la présence de dislocations près d'un joint de grains (a), au cœur d'un grain (b) et des grains totalement restaurés (c). Il s'agit de dislocations vis rectilignes de type  $\langle a \rangle$ .



La figure II.7 montre l'observation en MET du produit X1 Rx. Le taux de recristallisation pour ce produit est de 100 %. Une analyse détaillée des précipités a été réalisée au CEA (Béchade 1997). Les précipités de type  $\text{Zr}(\text{Fe},\text{Cr})_2$  sont répartis de manière aléatoire dans la matrice ; ils sont de forme globulaire, avec parfois la présence de franges caractéristiques des phases de laves. Leur diamètre moyen est de  $0,2\ \mu\text{m}$ . Le rapport Fe/Cr déterminé par micro-analyse est toujours compris entre 1,6 et 1,8.



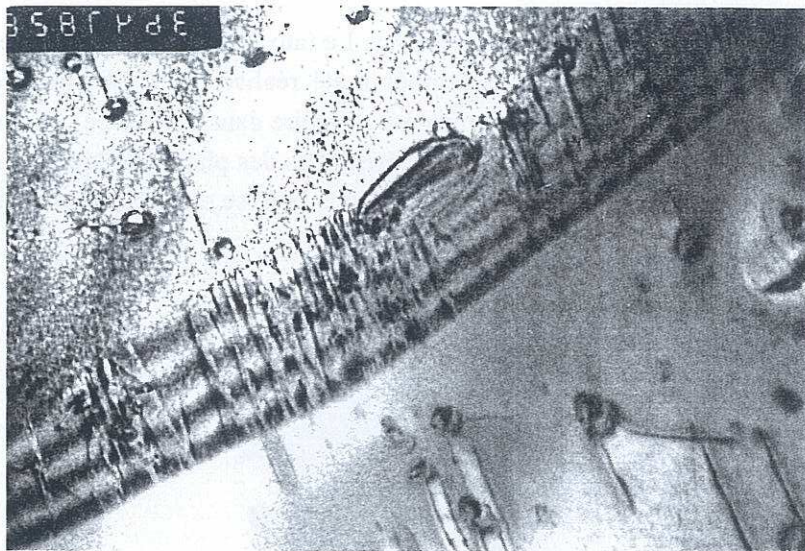
*Précipités  $\text{Zr}(\text{Fe},\text{Cr})_2$*



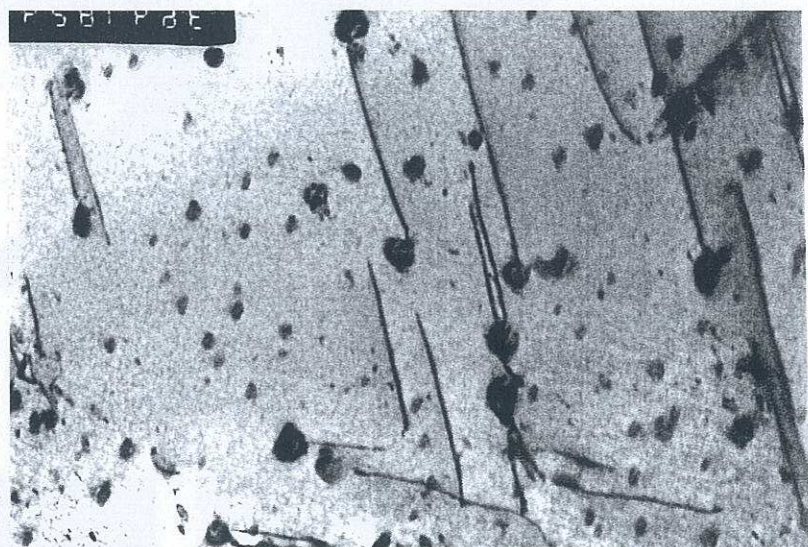
*fine précipitation de structure cubique*

**Figure II.5 :** Observation du produit U483 en MET.





a) Dislocations près  
d'un joint de grains



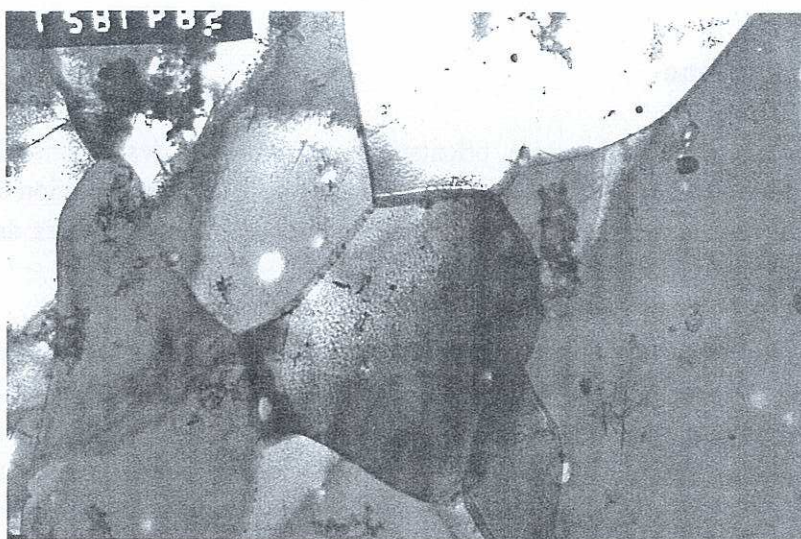
b) Dislocations  
au cœur d'un grain



c) Grain totalement  
restauré

Figure II.6 : Observation du produit U556 en MET





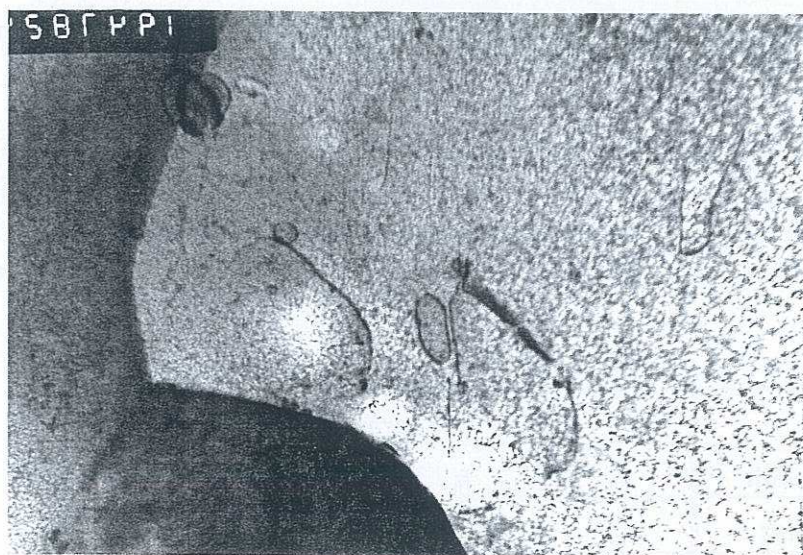
a) Vue d'ensemble  
sur plusieurs grains

2,1  $\mu\text{m}$



b) Longues dislocations  
vis au cœur d'un grain

0,75  $\mu\text{m}$



c) Quelques traces de  
dislocations près d'un  
joint de grains

0,55  $\mu\text{m}$

Figure II.7 : Observation du produit XI Rx en MET.



## II.2.2 Texture cristallographique

Le mode d'élaboration des tubes entraîne une orientation préférentielle des grains du polycristal : le matériau présente une **texture cristallographique anisotrope**. La représentation de la texture est effectuée à l'aide des figures de pôles (projection stéréographique des pôles des normales à un plan cristallographique dans un repère lié au tube).

Les analyses de textures des trois produits étudiés ont été effectuées par diffraction des rayons X. Au-delà d'un certain angle de basculement ( $\sim 75^\circ$ ), il se produit une forte défocalisation du rayonnement diffracté, ce qui rend la mesure imprécise. Les figures de pôles *expérimentales* sont donc *incomplètes*. Un développement mathématique, la Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC), permet à partir de figures de pôles déterminées expérimentalement de compléter les résultats expérimentaux et d'accéder à une fonction représentative de la texture (Béchade 1993, Todeschini 1998). Pour un nombre fini d'orientations cristallines (2160 dans notre étude avec la méthode vectorielle), la FDOC donne la fraction volumique de grains associée à ces orientations. Notons, d'une part, qu'il est nécessaire de disposer de plusieurs figures de pôles pour remonter à la FDOC et, d'autre part, que la relation entre les figures de pôles et la FDOC n'est pas bi-univoque : les logiciels fournissent une solution parmi l'ensemble des solutions possibles.

Les figures de pôles *expérimentales* (0002),  $(10\bar{1}0)$  et  $(11\bar{2}0)$  sont données sur les figures II.8, 9 et 10 respectivement pour les produits X1 Rx, U483 et U556.

Sur les figures de pôles {0002}, on observe une légère fibre, les normales aux plans (0002) étant essentiellement contenus dans le plan  $(e_r, e_\theta)$ . Une analyse fine de la FDOC permet de constater la présence d'un maxima de la densité de pôles (0002) à  $\pm 40^\circ$  de la direction radiale  $e_r$  pour les produits U483 et U556 et à  $\pm 35^\circ$  pour le produit X1 Rx. Les différences entre les produits peuvent être directement reliées aux gammes de fabrication.

Les figures de pôles  $(10\bar{1}0)$  montrent que les plans prismatiques sont situés préférentiellement à  $30^\circ$  de la direction axiale, ce qui est caractéristique des tubes de gaine recristallisés.

Les facteurs de Kearns  $f_i$  donnent une information *grossière* mais globale de la texture du matériau :  $f_i$  représentent la moyenne du carré du cosinus de l'angle entre les pôles (0002) et la direction  $i$ . Les valeurs obtenues pour les trois produits sont données dans le tableau II.5. Les valeurs obtenues confirment une faible différence de texture entre les tubes épais et le produit X1 Rx.

Produit	Facteur de Kearns		
	$f_R$	$f_\theta$	$f_z$
U483	0,55	0,33	0,12
U556	0,54	0,35	0,11
X1 Rx	0,58	0,30	0,12

**Tableau II.5 :** Facteurs de Kearns des produits étudiés.

Contrairement au produit U483 testé au LMA-RC, nous ne disposons pas d'une base de données d'essais mécaniques aussi conséquente pour le produit X1 Rx, en particulier en ce qui concerne l'étude de l'anisotropie. C'est donc sur ce produit qu'a été effectuée la partie expérimentale (en terme d'essais mécaniques) propre à notre étude. Deux objectifs principaux ont été recherchés : d'une part, l'étude de l'anisotropie et, d'autre part, la réalisation d'essais (macroscopiques) *originaux*, permettant d'appréhender les mécanismes de déformation à l'échelle microscopique ainsi que la nature de l'écrouissage (contraintes interne et effective). Ces résultats constituent l'ossature du chapitre suivant, les résultats obtenus au LMA-RC étant rappelés et discutés en regard de nos travaux, au fur et à mesure de la présentation.

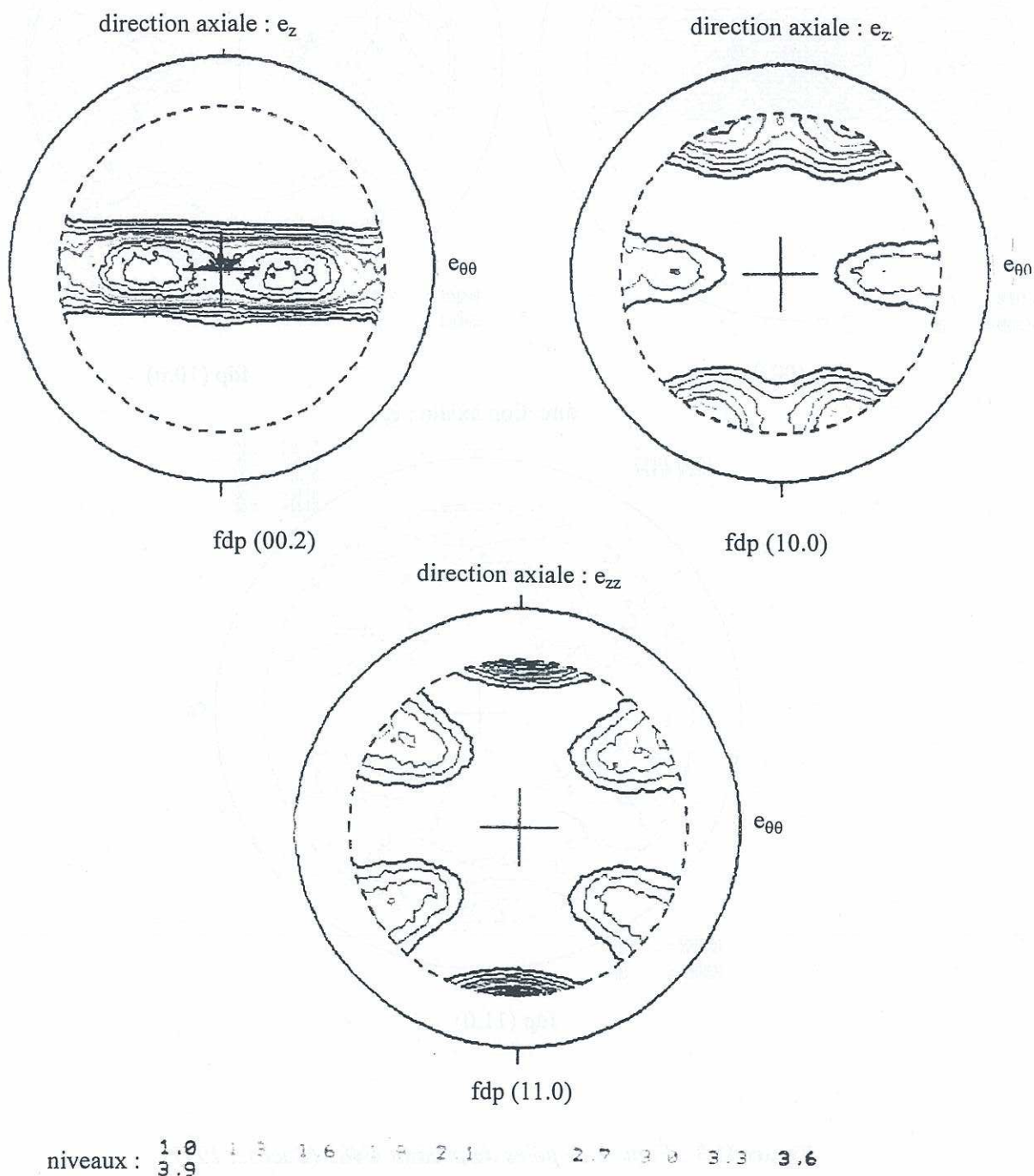


Figure II.8 : Figures de pôles du produit X1 Rx (Béchade 1999).



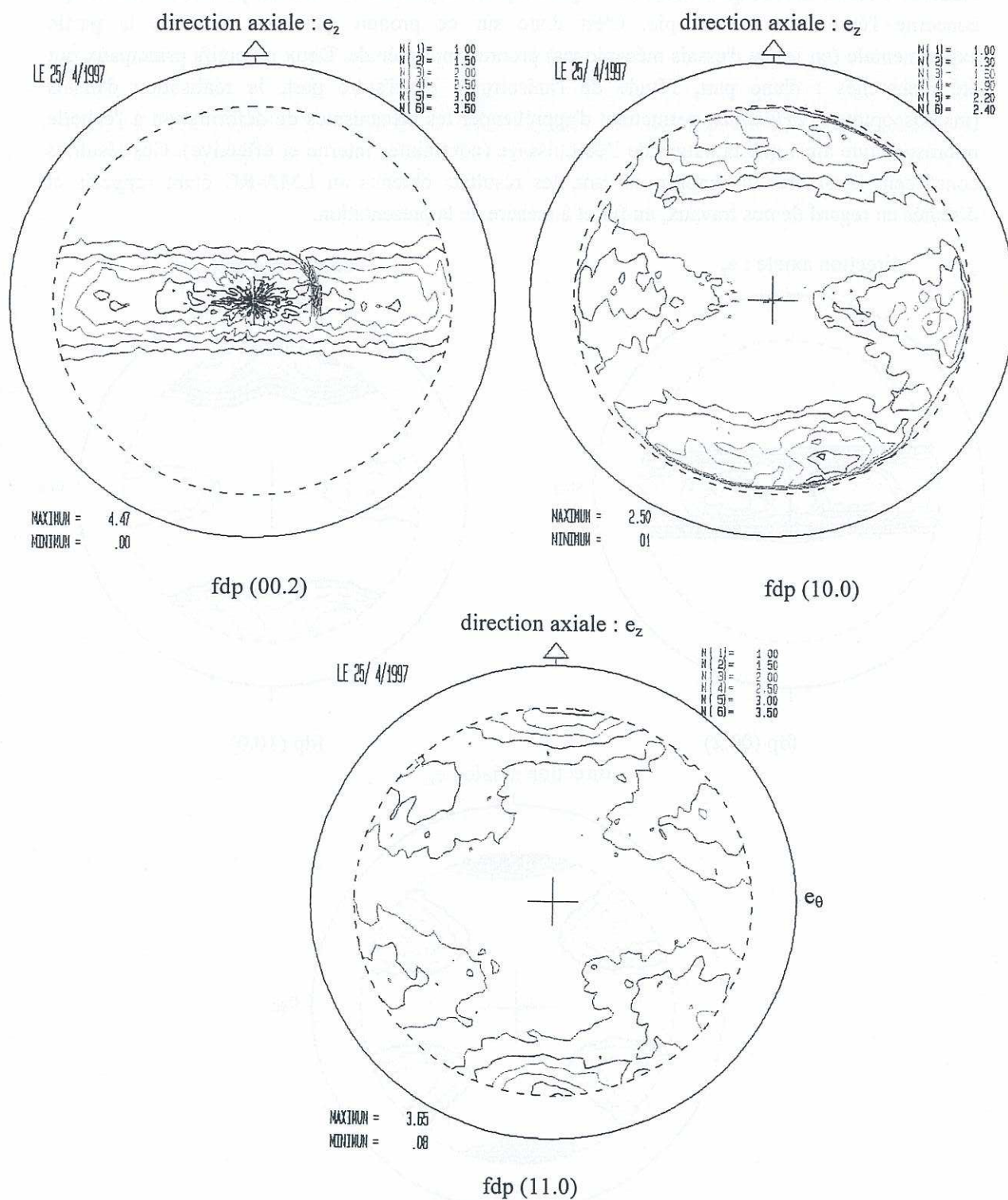


Figure II.9 : Figures de pôles du produit U483 (Bacroix 1997)

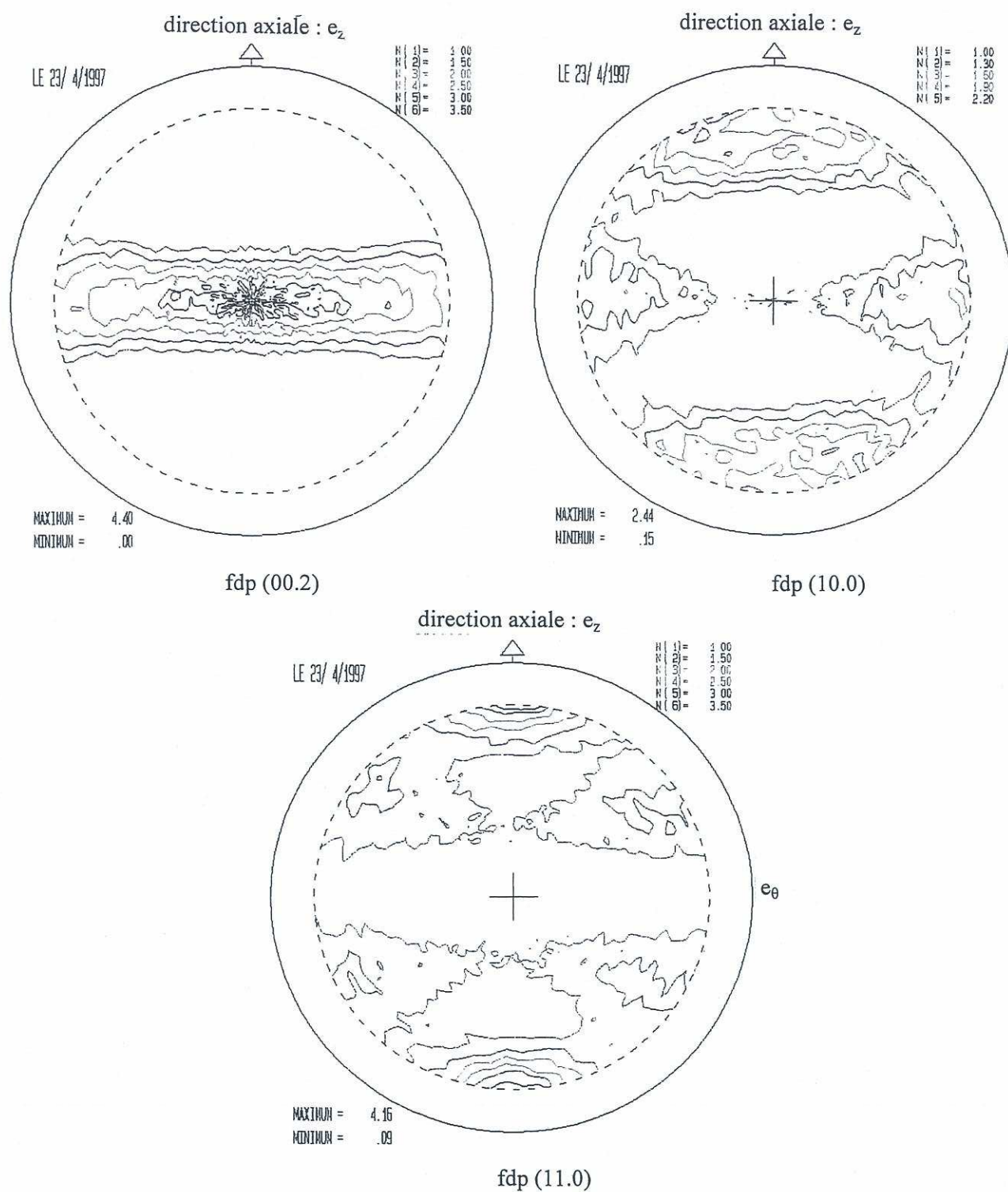


Figure II.10 : Figures de pôles du produit U556 (Bacroix 1997)













---

## Chapitre III

# Comportement macroscopique

---

*Les résultats issus de la littérature relatés au chapitre I nous ont permis d'avoir une première idée des mécanismes responsables de la déformation plastique<sup>1</sup> au sein du matériau. Dans ce chapitre, le comportement mécanique du matériau est étudié à l'échelle macroscopique, à l'aide des grandeurs usuelles de la mécanique des milieux continus que sont les contraintes et déformations sur un élément de volume. Les réponses du matériau sous sollicitations d'écroutissage à vitesse de déformation imposée, de fluage à contrainte imposée ou de relaxation à déformation constante, vont nous permettre d'appréhender son comportement élasto-viscoplastique. Ces résultats constitueront la base de données d'essais mécaniques nécessaires pour l'identification des paramètres du modèle.*

*Une première tentative sera effectuée pour relier les phénomènes observés à cette échelle aux mécanismes physiques sous-jacents. Dans cette optique, les notions de contraintes interne et effective et le type d'essais mécaniques utilisés dans cette étude pour y accéder sont présentes dans le premier paragraphe. Dans le cadre de la théorie des processus thermiquement activés, nous avons vu au chapitre I que le volume ( $V$ ) et l'énergie d'activation ( $\Delta H_0$ ) permettait de décrire l'influence de la vitesse et de la température sur un mécanisme physique donné. Les méthodes de dépouillement permettant d'accéder au volume d'activation sont aussi rappelées dans ce premier paragraphe.*

*Pour étudier l'anisotropie de comportement mécanique, des essais de traction suivant l'axe du tube et de traction-pression interne ont été réalisés. Pour quantifier cette anisotropie, il est nécessaire de définir une direction de référence. La direction axiale du produit tubulaire a été retenue : l'essai de traction est le plus communément répandu ; le caractère uniaxial du champ de contrainte obtenu permet un dépouillement plus aisé des résultats. Pour les essais sous pression interne avec reprise de l'effet de fond ( $\Sigma_{zz} = 0$ ), il est également possible (en négligeant la composante*

---

<sup>1</sup> Le terme de déformation plastique regroupe ici l'ensemble des déformations irréversibles, dépendantes ou indépendantes du temps, hormis l'endommagement.



radiale  $\Sigma_r$ ) de se ramener à un état de contrainte uniaxial. Cette deuxième direction a été privilégiée dans notre étude expérimentale afin de quantifier l'anisotropie de comportement par la détermination des contraintes internes et des volumes d'activation. Pour les autres directions de chargement combinant pression interne et effort axial, hormis la construction de la surface de plasticité initiale, il est nécessaire d'utiliser une grandeur équivalente pour comparer les résultats obtenus.

Les résultats obtenus sont présentés dans ce chapitre en se plaçant, dans un premier temps, à température ambiante (§ III.2), puis à 350 °C (§ III.3). Dans ces paragraphes, on aborde successivement les résultats en traction uniaxiale, en pression interne avec reprise de l'effet de fond ("traction circonférentielle"), puis dans les autres directions de chargement. L'effet de température entre 20 °C et 450 °C est présenté dans le dernier paragraphe (§ III.4).

Les différents produits utilisés dans notre étude ont été présentés au chapitre II. Nous reprenons ici la notation adoptée : U483 et U556 pour les tubes de plus gros diamètres testés au LMA-RC et X1 Rx pour le produit industriel testé à EDF et au CEA. La référence au produit concerné sera systématiquement indiquée sur les figures relatives aux résultats expérimentaux. La présentation des moyens d'essais et des procédures expérimentales mis en œuvre à EDF est reportée en annexe A-II afin d'alléger la lecture du document. Une synthèse de l'ensemble des essais réalisés à EDF dans le cadre de notre étude est également faite en annexe A-II.

Tous les résultats expérimentaux sont présentés en contraintes et déformations rationnelles. La principale difficulté rencontrée dans le dépouillement des essais est le caractère non homogène des champs de contrainte et de déformation lors des essais sous pression. Pour ce type d'essais, les résultats sont donnés en grandeurs moyennes ; la méthodologie retenue pour effectuer les dépouillements est également reportée en annexe A-II. Notons que cette inhomogénéité est accentuée par l'anisotropie de comportement et peut conduire jusqu'à un rapport de 1,5 entre la déformation moyenne et la déformation mesurée en paroi externe pour les tubes testés au LMA-RC.



### III.1 GRANDEURS MECANQUES PERMETTANT DE CARACTERISER LA NATURE DES OBSTACLES A LA DEFORMATION PLASTIQUE

#### III.1.1 Notions de contraintes interne et effective (Feaugas 1994,1999)

Dans les conditions de notre étude, la déformation plastique des alliages polycristallins étudiés est produite par le déplacement et la multiplication, sous l'action des contraintes, des dislocations contenues dans chacun des grains. Les obstacles aux mouvements des dislocations peuvent être classés en deux catégories suivant la *portée*  $\lambda$  du champ élastique qui leur est associé : interaction à courte distance lorsque  $\lambda$  est de l'ordre de quelques  $b$  ( $b$  : norme du vecteur de Burgers) et interaction à longue distance pour  $\lambda \gg b$ .

Dans le cas des **interactions à courte distance**, la dislocation n'est sensible au champ élastique de l'objet à franchir que lorsqu'elle est proche de celui-ci. La contrainte associée est alors indépendante du sens de la contrainte de cisaillement, autrement dit du sens de parcours de la dislocation (absence de *polarisation* de l'interaction).

Pour les **interactions à longue distance**, le déplacement de la dislocation est entravé par le champ élastique de l'objet à franchir bien avant d'être à proximité de celui-ci. Ce type d'interaction freine le déplacement de la dislocation dans un sens et favorise celui-ci dans le sens opposé (notion de *polarisation* du champ élastique).

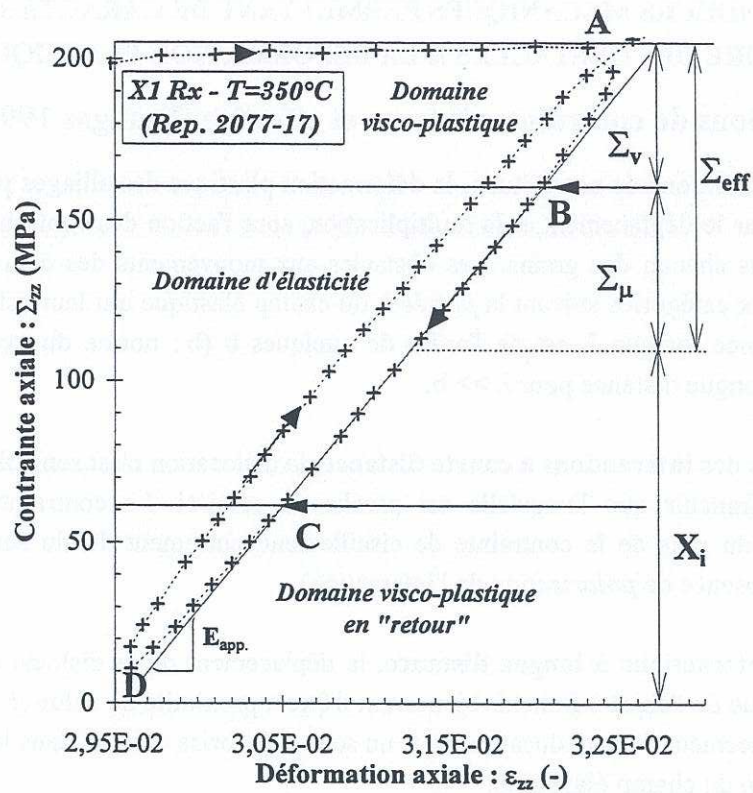
Notons que certains phénomènes, tel le vieillissement dynamique, ne peuvent pas être classés aussi facilement dans l'une ou l'autre des catégories, car ils induisent des interactions intermédiaires.

Dans le cadre défini précédemment, la **contrainte macroscopique peut s'exprimer comme la somme d'une contrainte interne à longue distance ( $X_i$ ) et d'une contrainte effective ( $\Sigma_{eff}$ )**. La contrainte effective macroscopique  $\Sigma_{eff}$  est la contrainte nécessaire localement (à courte distance) pour que la dislocation puisse franchir une barrière d'énergie associée à un obstacle et se déplacer. Sa nature locale et non polarisée lui confère un caractère isotrope. La contrainte interne  $X_i$  (sous entendu à longue distance) est la contrainte macroscopique résultant de phénomènes physiques dégageant un champ de contrainte à longue distance. Sa nature polarisée lui confère un caractère tensoriel.

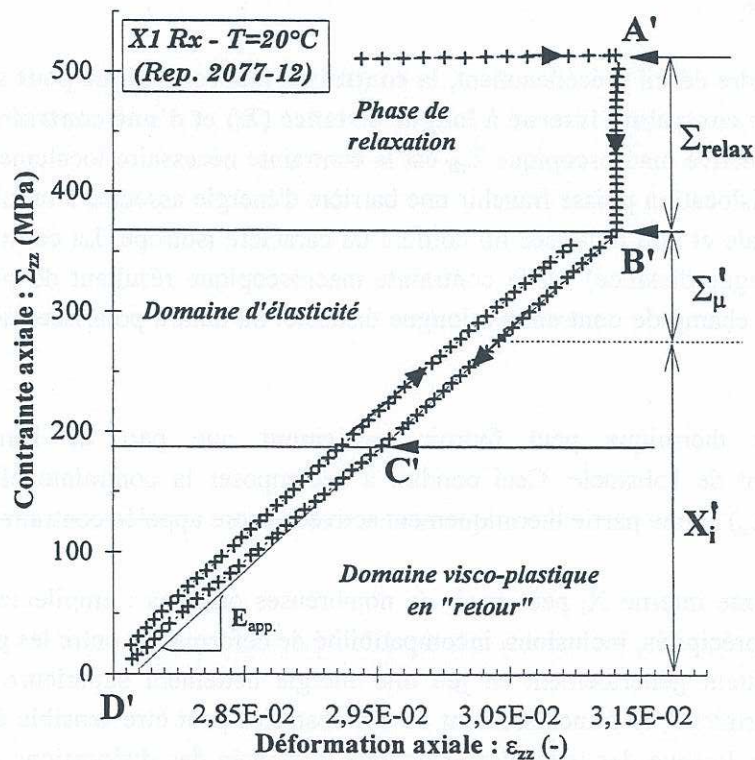
L'agitation thermique peut fournir **localement** une part de l'énergie nécessaire au franchissement de l'obstacle. Ceci conduit à décomposer la contrainte effective en une partie athermique ( $\Sigma_u$ ) et une partie thermiquement activée encore appelée contrainte visqueuse ( $\Sigma_v$ ).

La contrainte interne  $X_i$  peut avoir de nombreuses origines : empilements, amas et murs de dislocations, précipités, inclusions, incompatibilité de déformation entre les grains du polycristal ... Bien que mettant généralement en jeu une énergie nettement supérieure à celle apportée par l'agitation thermique, le franchissement de ces obstacles peut être sensible à l'agitation thermique (en particulier lorsque des mécanismes comme la montée des dislocations et le glissement dévié sont actifs). De plus, si les contraintes internes à longue distance ne peuvent pas être franchies par activation thermique (longueur d'onde trop importante), elles peuvent par contre être relaxées thermiquement (diminution de l'amplitude du champ élastique).





a) séquence de charge/décharge



b) séquence de charge/relaxation/décharge

Figure III.1 : Allure typique des courbes contrainte/déformation en traction uniaxiale



### III.1.2 Méthodologie d'obtention des contraintes interne et effective

De nombreuses méthodes ont été proposées dans la littérature pour déterminer les contraintes interne et effective. Feaugas a effectué récemment une analyse critique des principales méthodes proposées (1999b), permettant de dégager leur pertinence en fonction des conditions expérimentales (monocristaux, polycristaux, température, niveau de déformation plastique...). On se restreint ici à présenter la méthode de Dickson qui s'est avérée pertinente et de mise en œuvre relativement aisée pour notre étude.

Cette méthode fondée sur l'analyse des boucles d'hystérésis a été initialement proposée par Cottrell (1954) puis modifiée par Handfield et Dickson (Dickson 1983, 84, Handfield 1985). Celle-ci a été appliquée dans le cas du comportement cyclique des métaux, mais reste peu répandue dans le cas du comportement en traction monotone (Feaugas 1999). Elle nécessite l'inversion de la direction d'écoulement plastique afin d'identifier pour un niveau de déformation plastique la taille et la position du domaine d'élasticité. La figure III.1a donne l'allure typique des courbes *contrainte/déformation* obtenues lors d'une séquence de *charge/décharge* en traction uniaxiale. L'inversion de la contrainte au point A conduit à une première phase non linéaire, suivie d'une phase linéaire (point B à C) et se termine par une nouvelle phase non linéaire jusqu'au point D où la contrainte s'annule. La décharge s'effectuant à vitesse de déformation élevée ( $2.10^{-4}$  /s), on peut supposer qu'il n'y a pas d'évolution de la microstructure de déformation (et donc de la contrainte interne) entre les points A et B où la déformation plastique n'évolue que faiblement, et entre les points B et C où le comportement est élastique. La première phase qui suit la décharge peut alors être associée à une chute de la contrainte visqueuse  $\Sigma_v$  sensible à la vitesse de déformation : on passe d'une vitesse de déformation plastique de l'ordre de la vitesse de déformation totale au point A à une vitesse nulle au point B. L'amplitude de contrainte entre les points B et C permet de déterminer la taille du domaine d'élasticité et la contrainte effective athermique  $\Sigma_\mu$  qui lui est associée. Enfin la position du centre du domaine d'élasticité nous donne l'amplitude de la contrainte interne  $X_i$ . Cette séquence de charge/décharge, nous permet donc de décomposer la contrainte  $\Sigma_A$  au point A en une contrainte interne  $X_i$  et une contrainte effective  $\Sigma_{eff} = \Sigma_\mu + \Sigma_v$ .

Une analyse similaire peut être effectuée lors des séquences de *charge/relaxation/décharge*. La figure III.1b donne l'allure des courbes *contrainte/déformation* obtenues. Au point A', on bloque la déformation ce qui entraîne une relaxation de la contrainte au cours du temps. Au point B', on procède au déchargement ; le temps de relaxation étant suffisant pour conduire à une vitesse de déformation plastique inférieure à  $1.10^{-9}$  /s au point B', la décharge est entièrement élastique jusqu'au point C' où le comportement est à nouveau inélastique.

Un dépouillement analogue au précédent nous permet d'accéder :

- à l'amplitude de contrainte relaxée  $\Sigma_{relax}$  entre les points A' et B', fonction dans le cas général de la vitesse de déformation plastique et du niveau de déformation au point A' ;
- à la part athermique de la contrainte effective  $\Sigma_\mu'$  et à la contrainte interne  $X_i'$  au point B'.

Notons que l'amplitude de contrainte relaxée  $\Sigma_{relax}$  représente la part de contrainte visqueuse  $\Sigma_v'$  au point A', uniquement s'il n'y a pas de relaxation de la contrainte interne  $X_i'$  entre les points A' et B'. Dans ce cas,  $\Sigma_\mu'$  et  $X_i'$  représentent également la part de contrainte effective athermique et la part de contrainte interne au point A'.



La principale difficulté de la méthode de Dickson est la précision avec laquelle on peut déterminer la taille du domaine d'élasticité : outre la nécessité de prendre en compte un éventuel domaine de microplasticité dans l'analyse des décharges (mouvement réversible des dislocations), des artefacts expérimentaux peuvent perturber le signal (léger jeu dans le montage, précision des capteurs de déformations ...).

### III.1.3 Détermination du volume d'activation

Les notions d'énergie et de volume d'activation, introduites dans le cadre du formalisme de l'activation thermique de la déformation plastique ont été présentées au chapitre I. Rappelons que ces deux grandeurs nous renseignent sur la nature des mécanismes physiques **thermiquement activés**, associés à la déformation plastique.

A partir des résultats expérimentaux présentés dans ce chapitre, on ne pourra atteindre que des volumes d'activation macroscopiques (ou apparents). Pour cela, on utilise la formule suivante à température ( $T$ ) fixée et à microstructure ( $\mu S$ ) constante :

$$V_{app} = kT \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_p}{\partial \Sigma} \right)_{T, \mu S} \approx kT \left( \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}_p}{\Delta \Sigma} \right)_{T, \mu S} \quad (III.1)$$

En pratique, pour mesurer les volumes d'activation en **relaxation** à partir des résultats expérimentaux, nous prenons comme donnée la courbe d'évolution du logarithme de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte : la pente des points de cette courbe permet d'accéder directement au volume d'activation à l'aide de l'équation III.1 précédente (cf. figure III.8).

En **traction**, on peut utiliser la même démarche à partir des courbes d'écrouissage obtenues à différentes vitesses (en se plaçant à un niveau de déformation plastique donné) ou en considérant l'augmentation du niveau de contrainte due à un incrément de vitesse. Certains auteurs mettent en avant cette seconde méthode dans le sens où ils estiment qu'une variation brutale de la vitesse d'écoulement ne modifie pas la microstructure du matériau. Pour deux essais à différentes vitesses de déformation, il est nécessaire de supposer qu'à une déformation plastique donnée correspond une microstructure donnée.

Le même type de démarche peut encore être utilisé pour les essais de **fluage** (incrément de charge ou essais à différents niveaux de chargement). Pour deux essais à différents niveaux de contrainte, la prise en compte de la déformation plastique comme seul critère définissant la microstructure s'avère dans ce cas beaucoup plus discutable (pour une même déformation plastique, l'état de contrainte interne peut être différent).

D'après la formule III.1, le volume d'activation apparaît comme une mesure de la sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation plastique (sensibilité à la vitesse  $S = kT/V_{app}$ ). Nous avons vu au chapitre I que sa valeur peut être directement reliée aux obstacles locaux qui s'opposent aux mouvements des dislocations. Lors de sa détermination, la microstructure du matériau doit rester constante (Cagnon 1979). Une évolution du volume d'activation en cours d'essai traduit donc une évolution de la microstructure (évolution des défauts ou du nombre de dislocations mobiles, changement dans la nature et l'arrangement des



dislocations responsables de la déformation ...) ou un changement des mécanismes thermiquement activés associés à l'écoulement plastique.

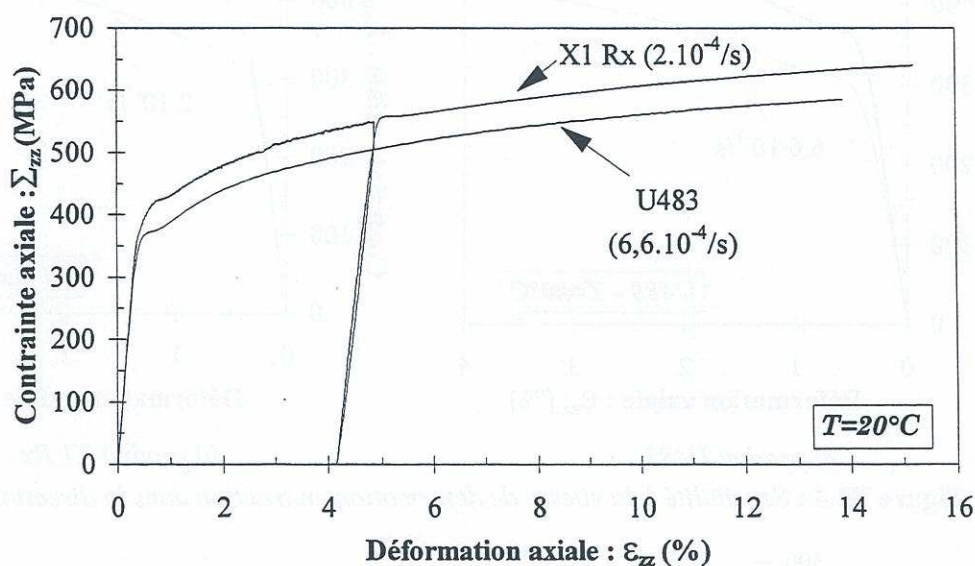
Les valeurs du volume d'activation apparent déterminées dans notre étude sont données en  $(1/b^3)$  afin de simplifier la présentation des résultats ( $b$ , norme du vecteur de Burgers d'un glissement de type  $\langle a \rangle$  dans le plan prismatique,  $b = 0,323$  nm à  $20^\circ\text{C}$ ).

## III.2 COMPORTEMENT DES PRODUITS ETUDIES A TEMPERATURE AMBIANTE

### III.2.1 Comportement dans la direction axiale des tubes

#### III.2.1.1 Essais de traction simple et de relaxation

L'essai de traction simple permet d'appréhender l'élasticité du matériau et son écrouissage. Les résultats obtenus pour les produits U483 et X1 Rx (figure III.2) montrent qu'ils ont un comportement similaire : ils se distinguent uniquement par une limite d'élasticité légèrement supérieure pour le produit X1 Rx.



**Figure III.2 :** Essai de traction à vitesse de déformation imposée dans la direction axiale des tubes.

Le dépouillement de l'essai de traction simple en terme de taux d'écrouissage ( $\theta = d\Sigma / d\epsilon_p$ ) reporté sur une échelle semi-logarithmique (figure III.3 pour le produit X1 Rx) fait ressortir deux stades de déformation successifs. Le taux d'écrouissage décroît rapidement dans le premier stade puis plus lentement dans le deuxième ; la séparation des deux stades ( $\epsilon_p = 0,3$  %) coïncide avec l'apparition d'un *crochet de traction* sur la courbe contrainte/déformation. On peut être tenté, par analogie aux résultats obtenus sur monocristaux, de relier ces résultats à l'activation d'un seul système de glissement (stade I), puis de plusieurs systèmes de glissement ainsi que du glissement dévié (stade III). Cependant, la nature du ou des systèmes activés dans les stades I et III reste inaccessible sans observation de la microstructure.



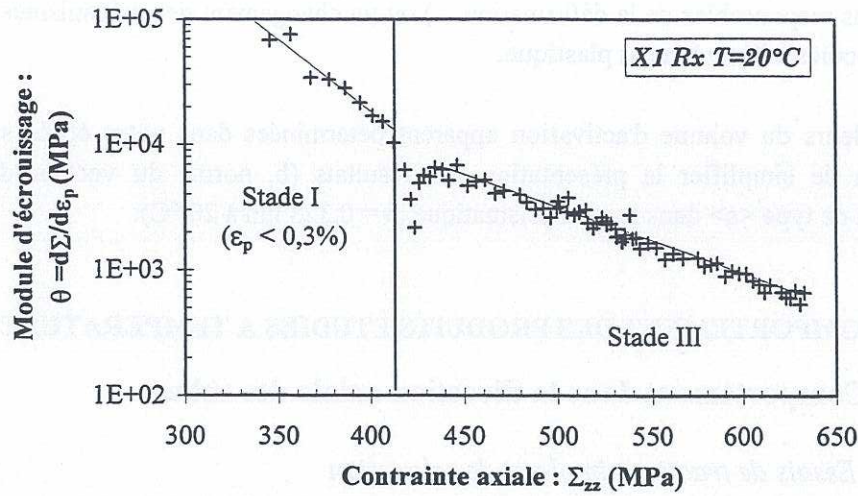


Figure III.3 : Module d'écrouissage en traction en fonction de la contrainte d'écoulement.

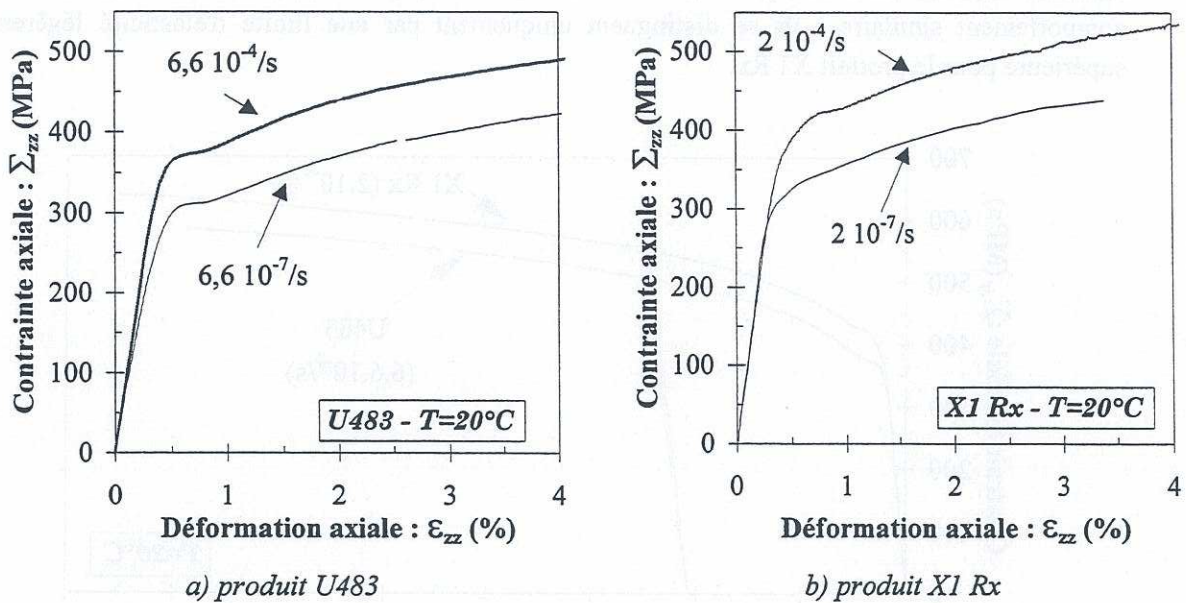


Figure III.4 : Sensibilité à la vitesse de déformation en traction dans la direction axiale.

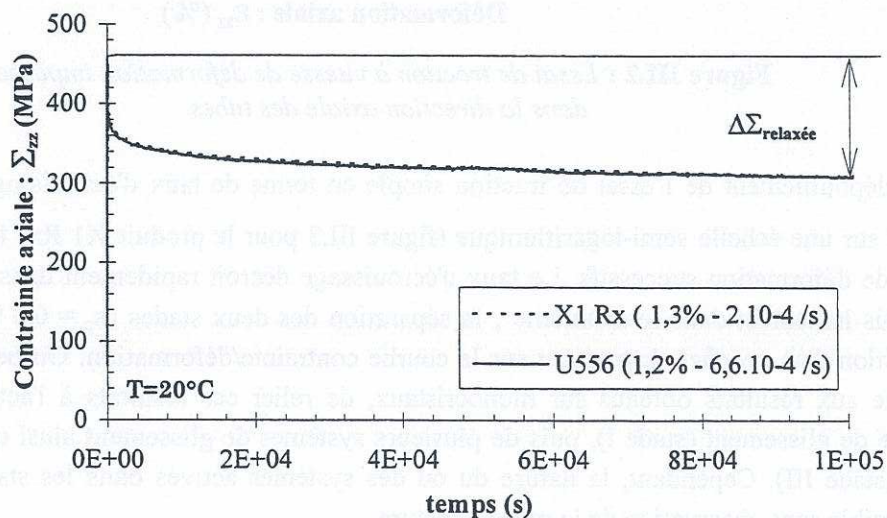
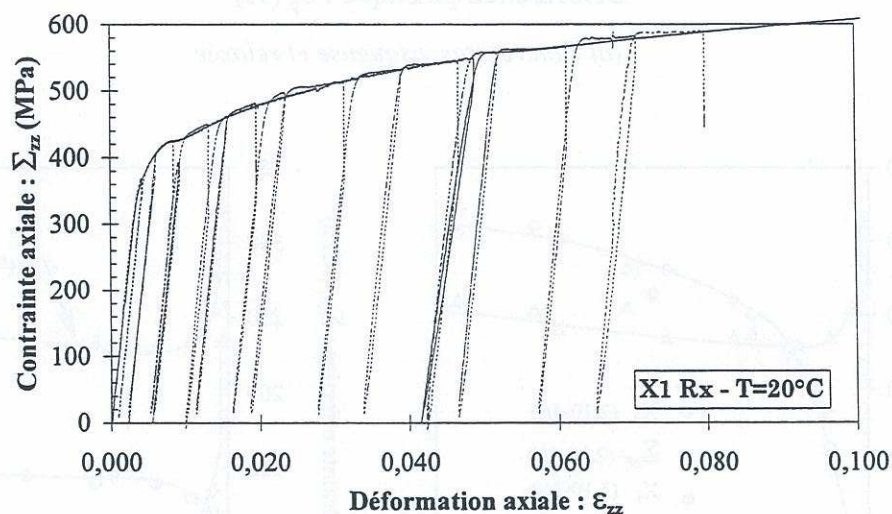


Figure III.5 : Essais de relaxation dans la direction axiale des tubes.

L'augmentation de la vitesse de sollicitation se traduit par une augmentation de la contrainte d'écoulement (figure III.4). Cette sensibilité à la vitesse, analogue pour les deux produits X1 Rx et U483, traduit l'existence d'une contrainte visqueuse au sein du matériau. Si l'on bloque la déformation à un niveau donné, on obtient une relaxation de cette contrainte visqueuse. La figure III.5 présente une allure typique de relaxation obtenue pour les produits X1 Rx et U556 respectivement après 1,3 et 1,2 % de déformation totale, dans un graphe contrainte d'écoulement en fonction du temps. Aucune différence n'est à noter entre les deux produits.

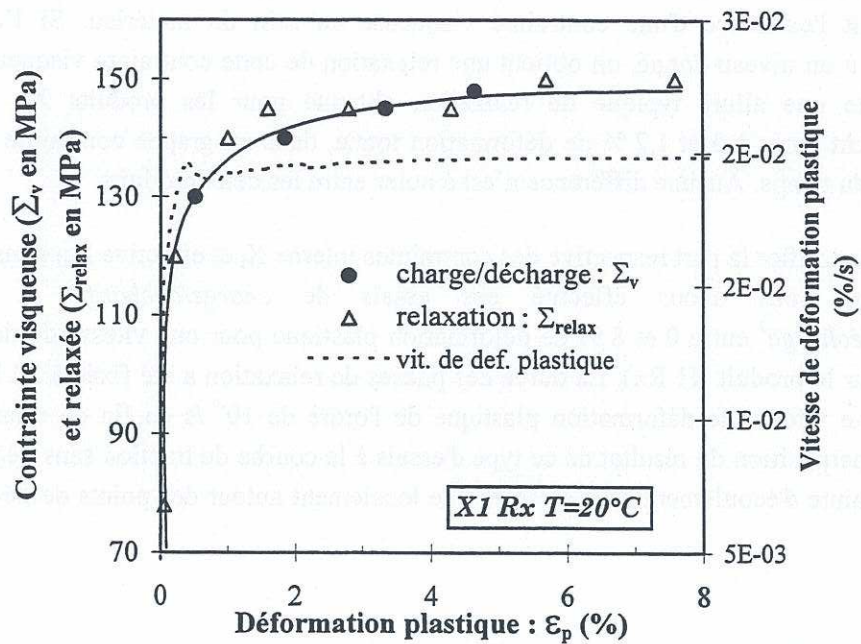
Afin de quantifier la part respective des contraintes interne  $X_i$  et effective  $\Sigma_{eff}$  dans la contrainte d'écoulement, nous avons effectué des essais de *charge/décharge* et de *charge/relaxation/décharge*<sup>2</sup> entre 0 et 8 % de déformation plastique pour une vitesse de déformation de  $2.10^{-4}$  /s (pour le produit X1 Rx). La durée des phases de relaxation a été fixée à 24 heures, ce qui conduit à une vitesse de déformation plastique de l'ordre de  $10^{-9}$  /s en fin de relaxation (figure III.8). La superposition du résultat de ce type d'essais à la courbe de traction sans décharge montre que la contrainte d'écoulement n'est affectée que localement autour des points de décharge (figure III.6).



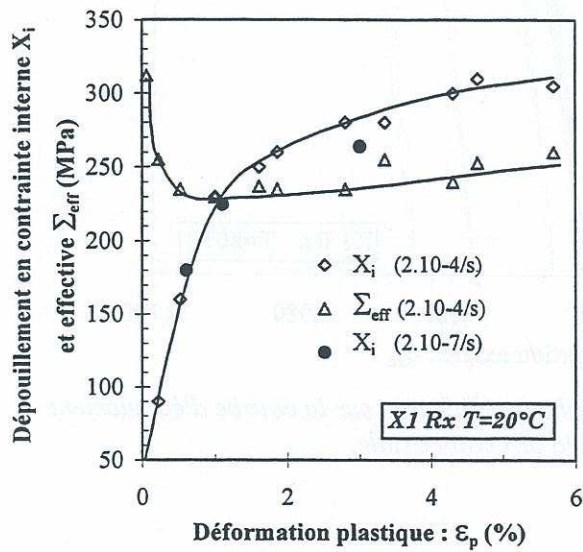
**Figure III.6 :** Influence des séquences de charge/décharge sur la courbe d'écoulement en traction dans la direction axiale.

<sup>2</sup> Pour simplifier l'écriture, on parlera par la suite de relaxation, sans préciser les phases de charge et de décharge.

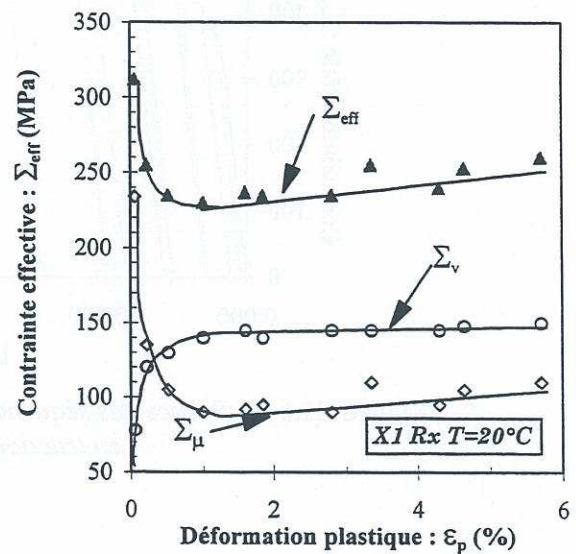




(a) Contraintes visqueuse et relaxée



(b) Contraintes interne et effective



(c) Composantes thermiquement activées et athermique de la contrainte effective.

**Figure III.7 :** Contraintes interne et effective en traction dans la direction axiale en fonction de la déformation plastique.



Les essais de charge/décharge et de relaxation ont été analysés selon la méthode de Dickson présentée au paragraphe précédent. Les résultats obtenus sont présentés, en fonction de la déformation plastique, sur les figures III.7, respectivement pour la contrainte visqueuse ( $\Sigma_v$ ) obtenue en charge/décharge et l'amplitude de contrainte relaxée ( $\Sigma_{relax}$ ) (a), les contraintes interne ( $X_i$ ) et effective ( $\Sigma_{eff}$ ) (b) et la décomposition en partie thermiquement activée (contrainte visqueuse  $\Sigma_v$ ) et athermique ( $\Sigma_\mu$ ) de la contrainte effective (c).

La contrainte relaxée  $\Sigma_{relax}$  est comparée à la contrainte visqueuse déterminée lors des phases de charge/décharge sur la figure III.7a. Quelle que soit la déformation plastique les deux contraintes sont identiques, démontrant ainsi que la contrainte interne n'est pas restaurée lors des essais de relaxation à 20 °C. Les résultats obtenus montrent que l'on peut assimiler la contrainte relaxée à la contrainte effective thermiquement activée. Dans la suite du dépouillement, on ne distinguera plus les valeurs obtenues après une séquence de charge/décharge ou de relaxation/décharge. La valeur de la contrainte visqueuse varie jusqu'à 2 % de déformation plastique, puis se stabilise autour de  $145 \pm 5$  MPa. Cette variation ne peut pas s'expliquer entièrement par la variation de vitesse de déformation plastique qui se stabilise au-delà de 0,3 % de déformation plastique.

La décomposition en contraintes interne et effective (figure III.7b) montre que l'augmentation de la contrainte interne est la principale responsable du taux d'écrouissage. Cette dernière présente une évolution quasi linéaire en début d'écoulement plastique ( $\epsilon_p \leq 1\%$ ), puis une évolution parabolique. On a également reporté sur cette figure les points obtenus après un essai de relaxation multiple pour une vitesse de chargement de  $2.10^{-7}$  /s. Les points obtenus sont en très bon accord avec ceux obtenus pour une vitesse de  $2.10^{-4}$  /s. Pour la contrainte effective, on obtient une forte décroissance au début de l'écoulement plastique et une stabilisation autour de 230 MPa entre 1 et 3 % de déformation plastique ; une légère croissance se dégage ensuite.

La décomposition de la contrainte effective en partie thermiquement activée  $\Sigma_v$  et athermique  $\Sigma_\mu$  (figure III.7c) montre que son évolution est la combinaison d'une forte décroissance de la partie athermique en début d'écoulement ( $\Sigma_\mu$  passe de 235 à 105 MPa entre 0 et 0,5 % de déformation plastique) et d'une forte augmentation de la contrainte visqueuse ( $\Sigma_v$  passe de 0 à 130 MPa dans le même temps). La forte décroissance de  $\Sigma_\mu$  en début d'écoulement peut s'expliquer a priori par la difficulté de libérer les dislocations initialement présentes aux joints de grains (désancrage des dislocations des joints de grains et/ou des atmosphères de Cottrell...). Lorsque les dislocations sont *désancrées*, la mobilité des dislocations devient plus importante. La présence du crochet de traction à cette température résulte donc d'une compétition entre la décroissance de la contrainte effective et la croissance de la contrainte visqueuse  $\Sigma_v$ , en fonction de la vitesse de déformation plastique. L'augmentation de  $\Sigma_\mu$  au-delà de 3 % peut traduire l'augmentation de la densité de dislocations et/ou l'apparition du glissement secondaire (interaction durcissante entre les systèmes). Ce fait sera discuté à la lumière de nos observations en MET (chapitre V). On notera cependant que cette évolution ne représente qu'une faible part de l'écrouissage du matériau.



Lors de la présentation de la méthode de Dickson au paragraphe précédent, nous avons mentionné les difficultés inhérentes à la méthodologie employée. Il est difficile de déterminer exactement l'incertitude qui en résulte sur les valeurs des contraintes interne et effective. Aux incertitudes expérimentales (aspects mécaniques liés au moyen d'essai et au montage, précision des capteurs...), il est nécessaire d'ajouter les incertitudes liées au dépouillement de Dickson (précision sur la détermination du module effectif...). Néanmoins, l'homogénéité et la *continuité* des résultats obtenus sur plusieurs éprouvettes, combinant des phases de charge/décharge et de relaxation/décharge nous permettent d'afficher une incertitude d'un ordre de grandeur de  $\pm 10$  MPa.

Le tableau III.1 donne les amplitudes de contraintes relaxées en fonction de la déformation de mise en charge et de la contrainte atteinte avant relaxation, pour les deux vitesses de déformation étudiées. Ces résultats confirment la stabilisation de la contrainte visqueuse au-delà de 1 % de déformation plastique pour les deux vitesses de déformation. Un autre point intéressant à noter est la présence d'une contrainte visqueuse conséquente à l'intérieur du *domaine initial apparent d'élasticité* ( $\Sigma_{\max} \leq 310$  MPa pour un offset de déformation de  $10^{-5}$ ). Ce fait peut être rapproché de la difficulté à désancrer les dislocations initialement présentes aux joints de grain : bien qu'un certain nombre de grains soient déjà déformés, le comportement macroscopique apparaît toujours élastique étant donnée la sensibilité des systèmes de mesure employés ( $\cong 1.10^{-5}$  en déformation axiale). Les essais de relaxation nous permettent donc d'encadrer la *vraie* limite d'élasticité athermique du matériau entre 210 et 230 MPa.

essai n°	2077 15 ( $\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-4}$ / s)			2077 12 ( $\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-4}$ / s)							2077 14 ( $\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-7}$ / s)		
	0,2	0,3	0,5	0,9	1,3	2	3,1	4,7	6,1	8	0,9	2	3,4
$\Sigma_{\max}$ (MPa)	215	312	395	425	450	482	520	542	565	590	350	400	435
$\Delta\Sigma_{rel}$ (MPa)	< 10	78	120	>85 *	140	145	145	145	150	150	60	62	63
$\epsilon_p$ (%) (en fin de relax.)	-	0,06	0,22	0,6	1,0	1,6	2,1	4,3	5,7	7,6	0,6	1,6	3

\* Phase de relaxation interrompue après 1000 secondes

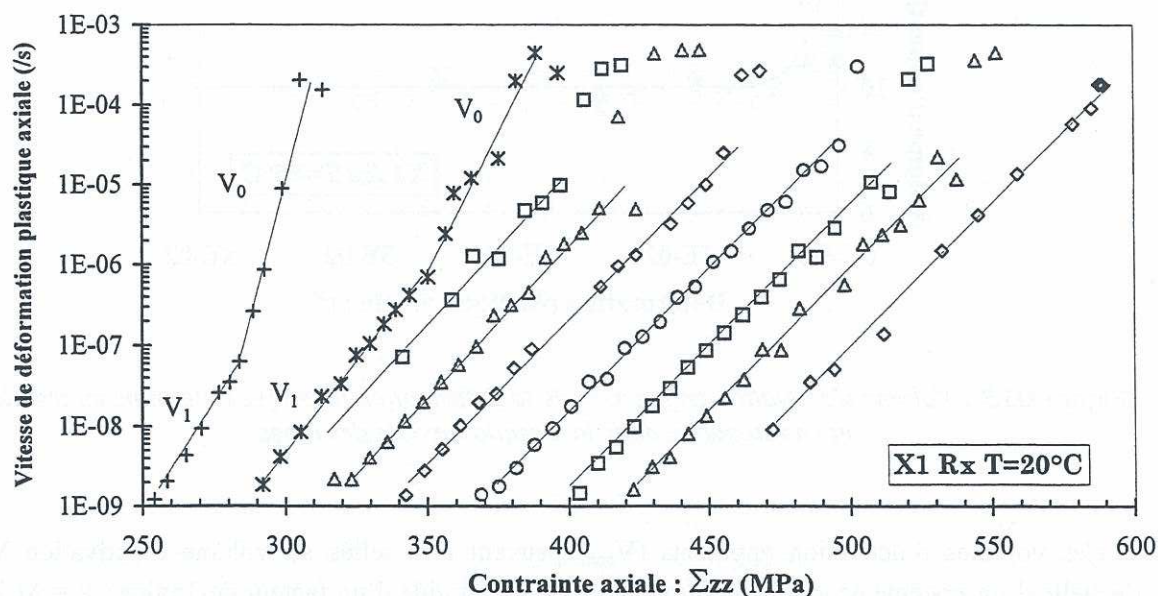
**Tableau III.1 : Résultats des essais de relaxations multiples - X1-Rx à température ambiante.**

Pour compléter l'analyse des résultats expérimentaux effectuée précédemment, nous avons déterminé les volumes d'activation à partir des phases de relaxation et des courbes d'écrouissage à différentes vitesses.

La figure III.8 donne l'évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte axiale pour les différentes phases de relaxation des deux essais à vitesse de déformation de  $2.10^{-4}$  /s (les niveaux de déformation correspondant ( $\epsilon_i \geq 0,3$  %) sont indiqués dans le tableau III.1). Les *deux premières phases* de relaxation mettent en évidence la présence de deux volumes d'activation (pentes notées  $V_0$  et  $V_1$  sur la figure) ; dès la *troisième phase* de relaxation le volume d'activation devient indépendant du niveau de déformation plastique. Le volume d'activation



permet d'appréhender les obstacles locaux qui s'opposent aux mouvements des dislocations ; il varie donc avec l'évolution de la microstructure. Cela signifie que la microstructure (densité de dislocations mobiles...) évolue au cours des deux premières phases de relaxation et se stabilise dès la troisième ( $\varepsilon_p \geq 0,5 \%$ ). Cette transition correspond à l'apparition du crochet de traction et au changement de pente dans l'évolution du module d'écrouissage donnée sur la figure III.2.

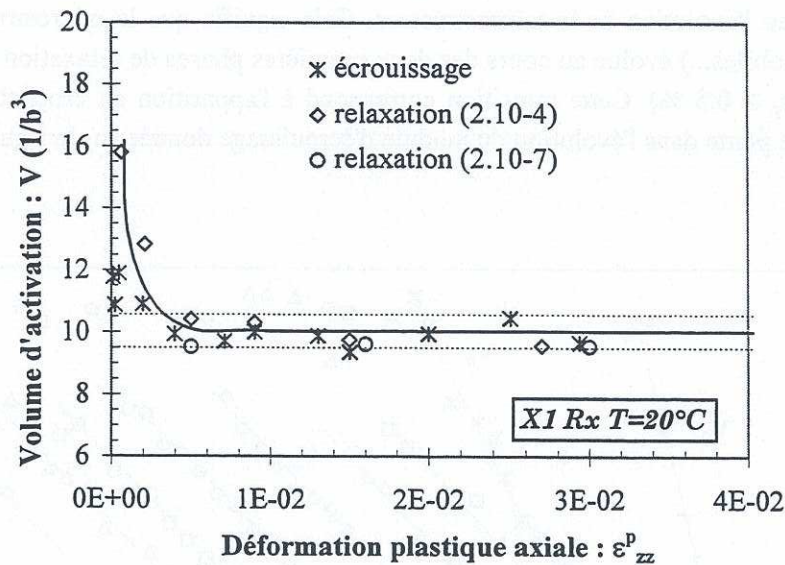


**Figure III.8 :** Détermination du volume d'activation pour les essais de relaxation dans la direction axiale des tubes (phases d'écrouissage à  $2.10^{-4}$  /s).

Les volumes d'activation ont également été déterminés pour l'essai de relaxation multiple avec une vitesse de mise en charge de  $2.10^{-7}$  /s et à partir des courbes d'écrouissage obtenues aux deux vitesses de déformation étudiées (cf. § III.1.3 pour la méthodologie). Les résultats obtenus sont synthétisés sur la figure III.9. En relaxation, le volume d'activation est indépendant de la vitesse de mise en charge. En écrouissage, les volumes d'activation obtenus présentent la même évolution en fonction de la déformation plastique que ceux déterminés à partir des phases de relaxation : décroissance en début d'écoulement et stabilisation au-delà de 0,5 % de déformation plastique ( $V = 10 \pm 0,5 b^3$ ). Cela signifie qu'en traction à température ambiante, nous sommes en présence des mêmes mécanismes de déformation quelle que soit la vitesse de déformation plastique.

Pour le produit U483 testé au LMA-RC (Robinet 1995), nous obtenons des résultats analogues à partir d'un essai de relaxation multiple :  $V = 15 b^3$  pour 0,2 % de déformation plastique, et  $V \approx 10 b^3$  au-delà de 1 %. Enfin pour le produit U556, nous obtenons  $V = 10,3 b^3$  pour un essai de relaxation à 1 % de déformation plastique (cf. figure III.5).





**Figure III.9 :** *Volume d'activation en fonction de la déformation plastique déterminé en traction et en relaxation dans la direction axiale des tubes.*

Ces volumes d'activation apparents ( $V_{app}$ ) peuvent être reliés au volume d'activation  $V$  à l'échelle d'un système de glissement (cf. annexe A-I), à l'aide d'un facteur de Taylor :  $V = M V_{app}$  ( $M=4$  d'après Derép *et al.* 1979). Le volume d'activation ainsi obtenu ( $V \approx 40 b^3$ ) correspond aux valeurs déterminées pour le glissement prismatique dans le cas de monocristaux de titane et de zirconium de teneur en oxygène équivalente similaire à nos alliages (0,8 % at.) (cf. chapitre I). On peut donc supposer dès à présent que **c'est la mobilité des dislocations vis de type  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques (forte friction de réseau) qui gouverne la vitesse de déformation plastique.** Ce dernier point sera rediscuté dans les chapitres IV et V.

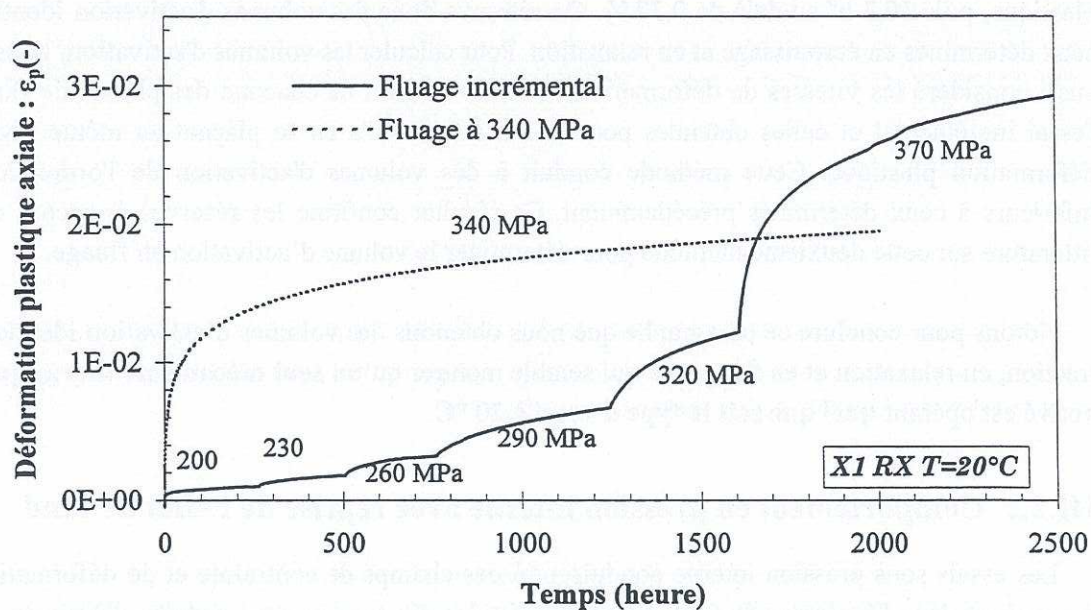
### III.2.1.2 Essais de fluage.

Deux essais de fluage à température ambiante ont été effectués pour le matériau X1 Rx : un essai à force constante (correspondant à une contrainte initiale de 340 MPa) et un essai de fluage *incrémental* pour des niveaux de mise en charge allant de 200 à 370 MPa. Les résultats obtenus sont reportés sur la figure III.10 en termes de déformation plastique en fonction du temps et sur la figure III.11 pour la vitesse de déformation en fonction du niveau de déformation.

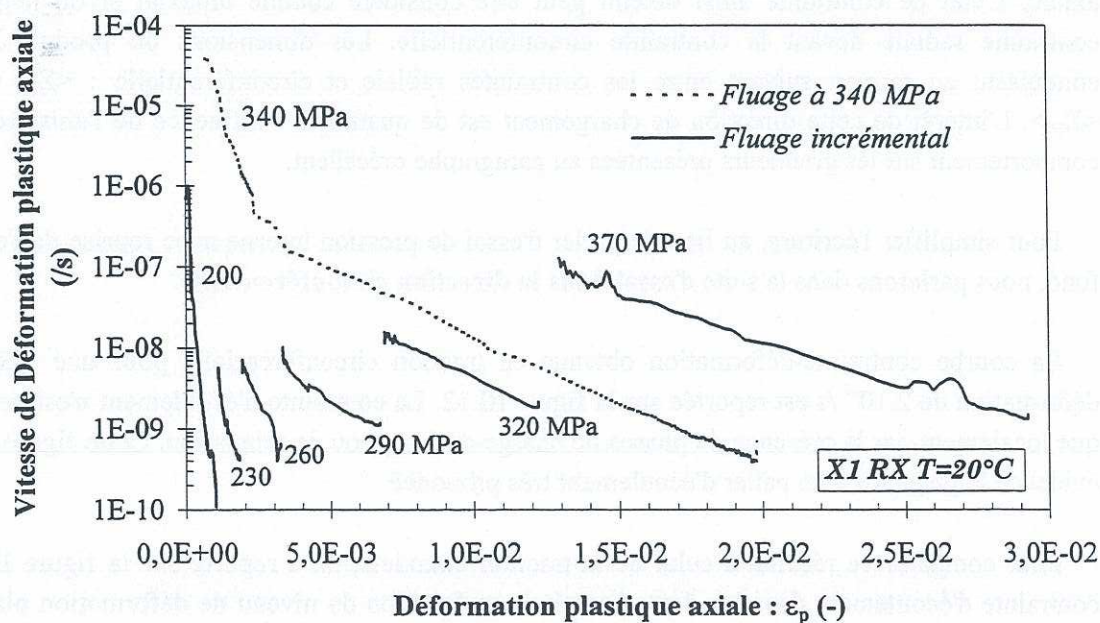
Pour le plus bas niveau de contrainte étudié, la déformation plastique est inférieure à 0,1 % après plus de 200 h de fluage. Ce résultat est en accord avec le premier niveau étudié en relaxation (cf. tableau III.1) : pour un niveau de contrainte de l'ordre de 200 MPa, seuls quelques grains (les plus *favorablement* orientés) doivent présenter un début de plastification.

Pour les niveaux de déformation plastique supérieurs à 0,4 % (au-delà de 290 MPa), le logarithme de la vitesse de déformation plastique s'exprime linéairement en fonction de la déformation plastique. Ce résultat permet de supposer que l'on est en présence d'un mécanisme unique de déformation qui conduit à une saturation progressive du mouvement des dislocations

mobiles. L'absence de stade II en fluage permet encore de supposer qu'il n'y a pas de phénomène de restauration par le temps pour les niveaux de chargement étudiés à 20 °C.



**Figure III.10 :** Essais de fluage en traction dans la direction axiale : évolution de la déformation plastique en fonction du temps.



**Figure III.11 :** Essais de fluage en traction dans la direction axiale : évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique.



La variation de vitesse obtenue lors d'un incrément de charge nous a permis de déterminer le volume d'activation en fluage. Ce dépouillement s'avère un peu plus délicat que les précédents (détermination de la vitesse de fluage après un incrément de charge). Les valeurs obtenues sont de  $16 \text{ b}^3$  pour les deux premiers niveaux de contrainte ( $\epsilon_p \approx 0,1 \%$ ),  $11 \text{ b}^3$  pour  $0,25 \%$  de déformation plastique, puis  $10,3 \text{ b}^3$  au-delà de  $0,37 \%$ . On retrouve donc des volumes d'activation identiques à ceux déterminés en écrouissage et en relaxation. Pour calculer les volumes d'activation, nous avons aussi considéré les vitesses de déformation obtenues à la fin de chacune des phases de fluage de l'essai incrémental et celles obtenues pour l'essai à  $340 \text{ MPa}$  en se plaçant au même niveau de déformation plastique. Cette méthode conduit à des volumes d'activation de l'ordre de  $8 \text{ b}^3$ , inférieurs à ceux déterminés précédemment. Ce résultat confirme les réserves énoncées dans la littérature sur cette deuxième méthode pour déterminer le volume d'activation en fluage.

Notons pour conclure ce paragraphe que nous obtenons des volumes d'activation identiques en traction, en relaxation et en fluage, ce qui semble montrer qu'un **seul mécanisme thermiquement activé** est opérant quel que soit le type d'essai à  $20^\circ\text{C}$ .

### III.2.2 Comportement en pression interne avec reprise de l'effet de fond

Les essais sous pression interne conduisent à des champs de contrainte et de déformation non homogènes dans l'épaisseur du tube. Etant données les dimensions des produits utilisés dans notre étude, l'utilisation de l'hypothèse de tube mince pour se ramener à des grandeurs homogènes peut conduire à des erreurs non négligeables. Cependant, un calcul rigoureux des grandeurs moyennes permet de retrouver le comportement intrinsèque du matériau (cf. annexe A-II).

La reprise de l'effet de fond lors d'un essai sous pression interne permet d'annuler la contrainte axiale. L'état de contrainte ainsi obtenu peut être considéré comme uniaxial si on néglige la contrainte radiale devant la contrainte circonférentielle. Les dimensions du produit  $X1 \text{ Rx}$  conduisent au rapport suivant entre les contraintes radiale et circonférentielle :  $\langle \Sigma_r \rangle = -0,07 \langle \Sigma_{\theta\theta} \rangle$ . L'intérêt de cette direction de chargement est de quantifier l'influence de l'anisotropie de comportement sur les grandeurs présentées au paragraphe précédent.

Pour simplifier l'écriture, au lieu de parler d'essai de pression interne avec reprise de l'effet de fond, nous parlerons dans la suite d'**essai dans la direction circonférentielle**.

La courbe contrainte-déformation obtenue en traction circonférentielle pour une vitesse de déformation de  $2.10^{-4} / \text{s}$  est reportée sur la figure III.12. La contrainte d'écoulement n'est perturbée que localement par la présence de phases de charge-décharge ou de relaxation. Cette figure met en évidence la présence d'un palier d'écoulement très prononcé.

Pour comparer ce résultat à celui de la traction uniaxiale, on a reporté sur la figure III.13 la contrainte d'écoulement dans les deux directions en fonction du niveau de déformation plastique. Cette figure met en évidence une contrainte d'écoulement beaucoup plus élevée dans la direction circonférentielle en début d'écoulement, puis un adoucissement du matériau (diminution de la contrainte d'écoulement). Au-delà de  $2 \%$  de déformation plastique, la contrainte d'écoulement dans le sens axial devient plus élevée.

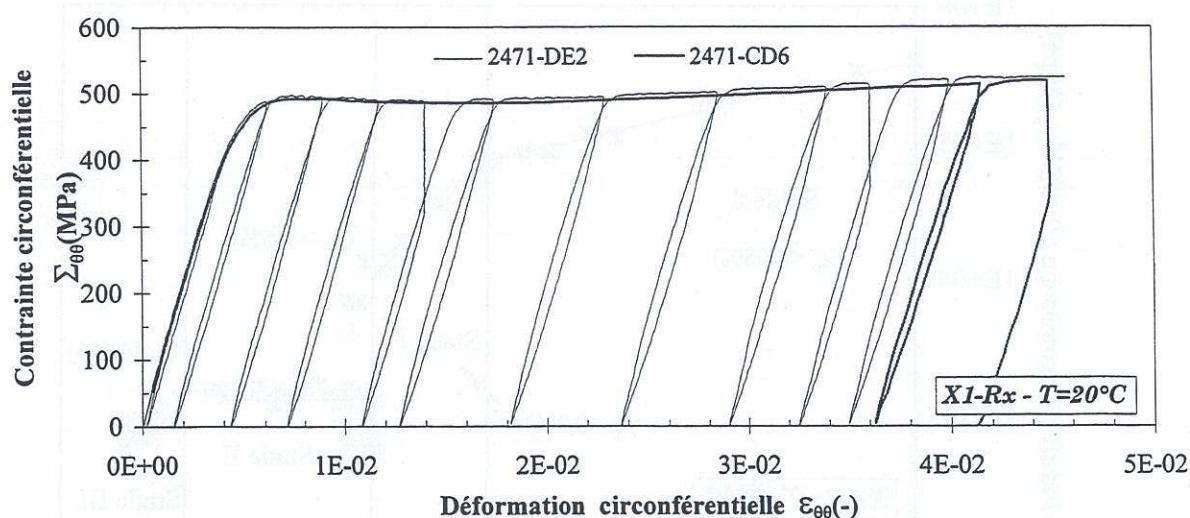


Figure III.12 : Essais de traction dans la direction circonférentielle (pression interne avec reprise de l'effet de fond :  $\Sigma_{zz} = 0$ ) pour une vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-4}$  /s.

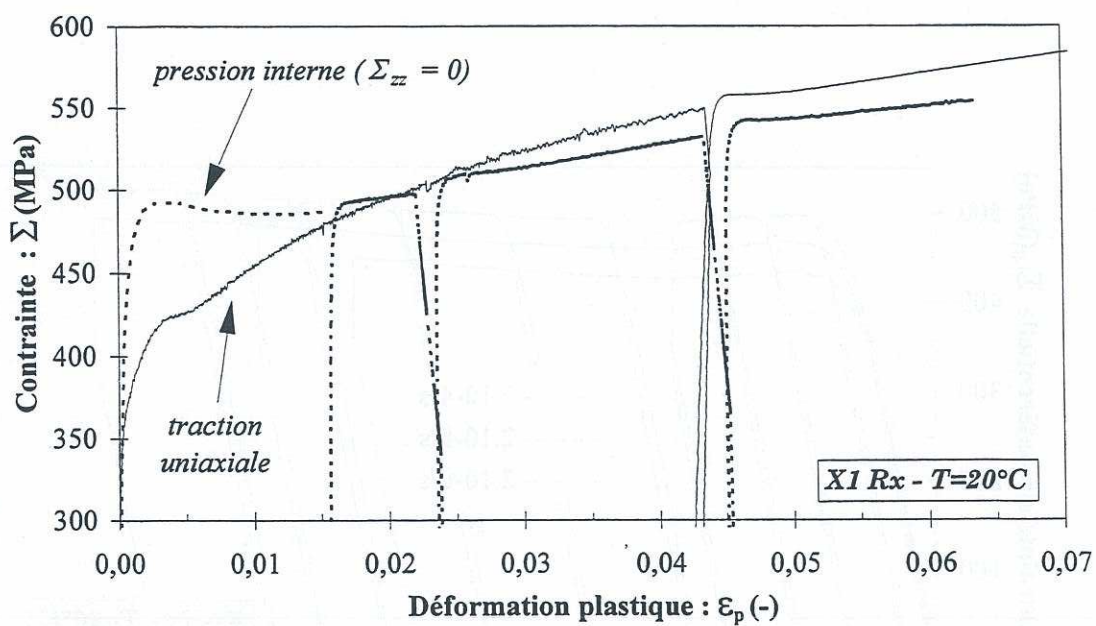


Figure III.13 : Essais de traction à  $2 \cdot 10^{-4}$  /s : comparaison des résultats en traction dans les directions axiale et circonférentielle.



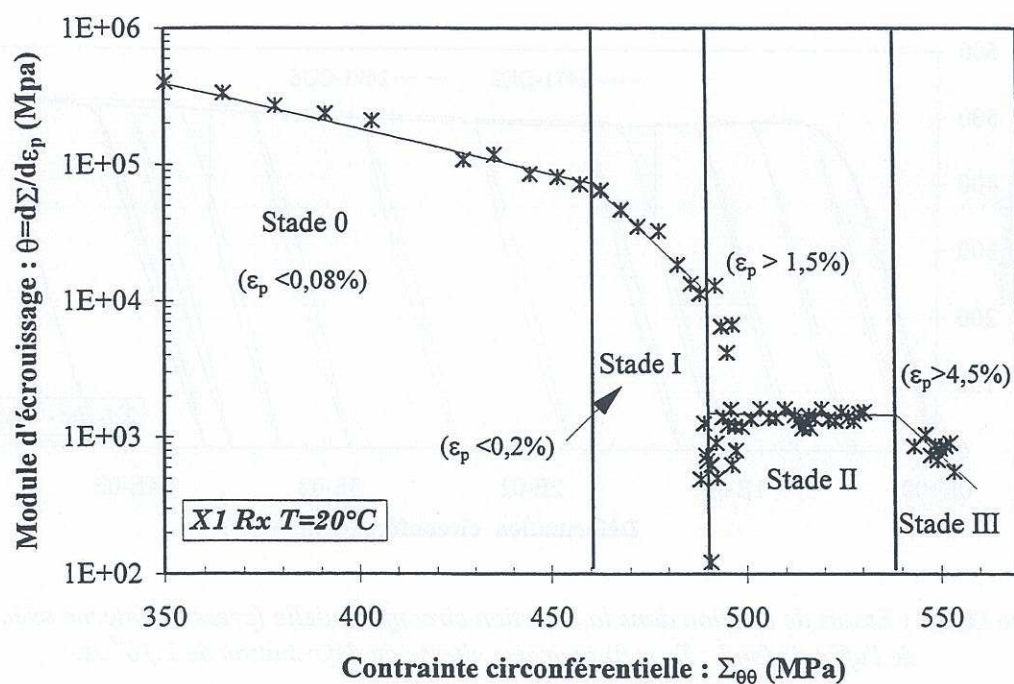


Figure III.14 : Module d'écrouissage en fonction de la contrainte d'écoulement ; traction dans la direction circonférentielle.

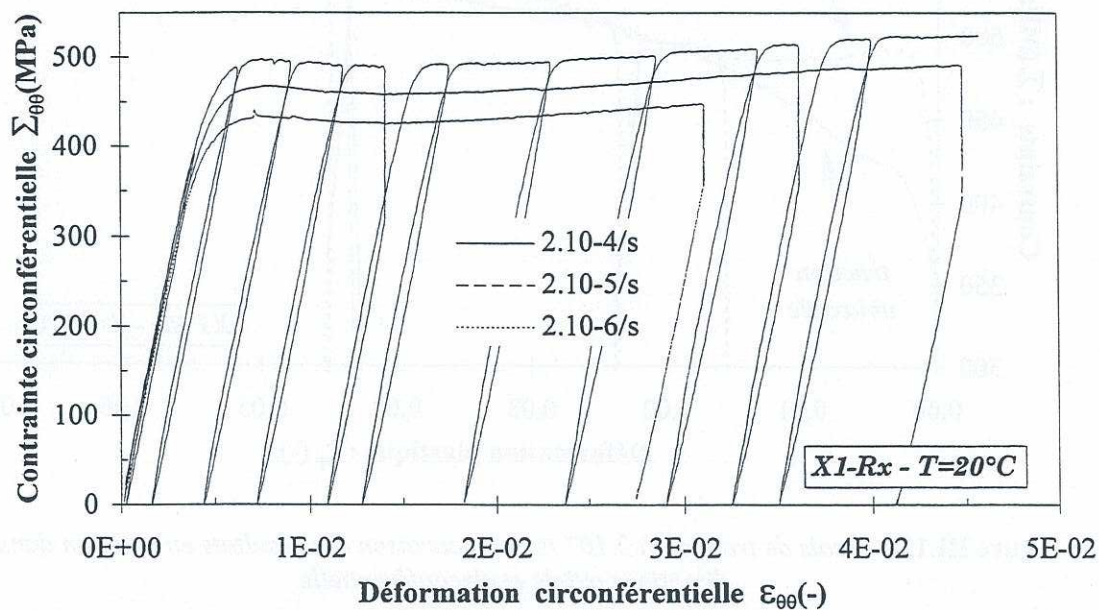


Figure III.15 : Sensibilité à la vitesse de déformation en traction dans la direction circonférentielle.

Le dépouillement de l'essai de traction circonférentielle en termes de module d'écrouissage est reporté sur la figure III.14. Cette figure met en évidence quatre stades d'écrouissage. Le stade 0 qui a lieu en tout début d'écoulement ( $\epsilon_p < 0,08\%$ ) est caractérisé par un module d'écrouissage très élevé. Dans le stade I ( $\epsilon_p < 0,2\%$ ), les valeurs du module d'écrouissage sont analogues à celles obtenues dans le sens axial, mais la pente indiquant la chute de module dans le graphe semi-logarithmique est nettement plus *raide*. La fin du stade I est marquée par une chute de la contrainte d'écoulement jusqu'à 1,5 % de déformation plastique. Le module d'écrouissage devient alors constant (stade II) puis recommence à décroître au-delà de 4,5 % de déformation. Contrairement à la direction axiale, un stade II est observé, mettant ainsi en évidence des mécanismes athermiques prédominants dans cette gamme de déformation plastique (jonctions attractives entre dislocations de systèmes différents par exemple).

La sensibilité à la vitesse de déformation circonférentielle a été étudiée entre  $2.10^{-4}$  /s et  $2.10^{-6}$  /s (figure III.15). Pour les trois vitesses de déformation étudiées, l'allure des courbes contrainte-déformation est identique.

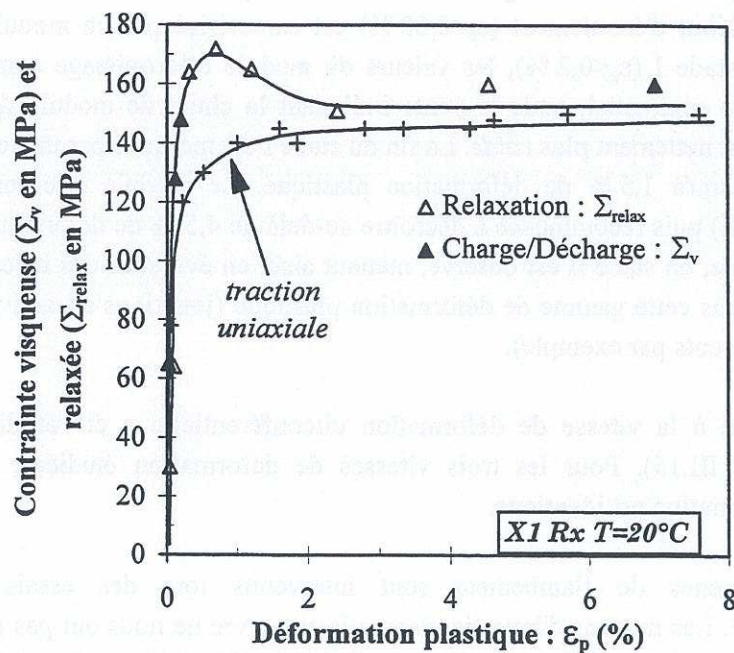
Des phénomènes de flambement sont intervenus lors des essais dans la direction circonférentielle. Les moyens d'investigations mis en œuvre ne nous ont pas permis de déterminer l'instant d'apparition du phénomène et sa cinétique d'évolution. Ce phénomène d'instabilité plastique est à rapprocher de la déformation plastique axiale négative (raccourcissement de l'éprouvette) et de la décroissance de la contrainte d'écoulement entre 0,5 et 1,5 % de déformation. Cependant la reproductibilité de la réponse du matériau en contrainte-déformation (avec ou sans décharge) et l'allure similaire des courbes pour différentes vitesses de déformation nous permettent d'affirmer que le flambement n'a pas d'influence sur la réponse macroscopique du matériau. Les contrôles dimensionnels après essais renforcent ces propos : en dehors de la zone localisée de flambement, les mesures post essais conduisent à des déformations axiales et circonférentielles homogènes.

Pour déterminer les parts respectives de contraintes interne et effective, nous avons procédé de manière analogue à la traction axiale : des essais de charge/décharge et de relaxation multiple ont été réalisés pour une vitesse de déformation de  $2.10^{-4}$  /s. Ces essais ont été analysés avec la méthode de Dickson (figure III.16).

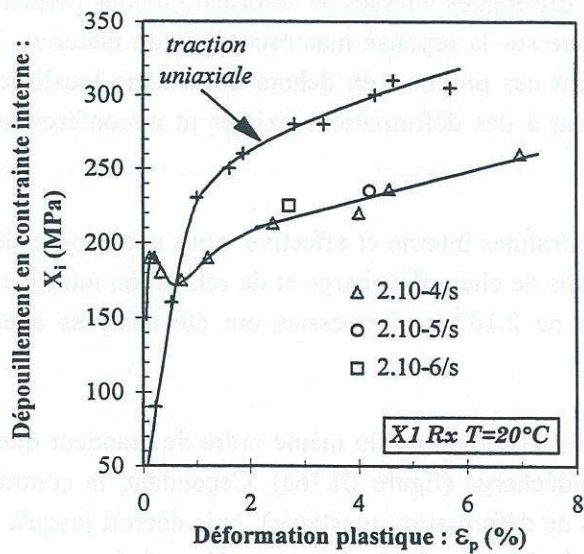
Comme en traction uniaxiale, les amplitudes relaxées sont du même ordre de grandeur que les contraintes visqueuses déterminées en charge/décharge (figure III.16a). Cependant, la contrainte visqueuse présente un maximum (près de 1 % de déformation plastique), puis décroît jusqu'à 2 % pour se stabiliser à une valeur très proche de la contrainte visqueuse déterminée en traction uniaxiale :  $155 \pm 5$  MPa.

Le dépouillement en contrainte interne (figure III.16b) montre une évolution très rapide de la contrainte interne en début d'écoulement plastique, suivie d'une légère décroissance, avant de reprendre une évolution *classique* au-delà de 1 % de déformation. Les deux points déterminés aux vitesses de  $2.10^{-5}$  /s et  $2.10^{-6}$  /s sont en parfait accord avec les résultats à  $2.10^{-4}$  /s.

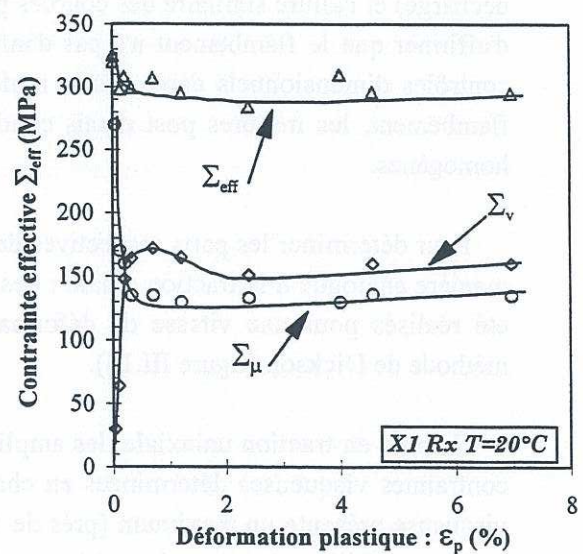




(a) Contrainte visqueuse



(b) Contraintes internes



(c) Composantes thermiquement activée et athermique de la contrainte effective.

Figure III.16 : Contraintes interne et effective en fonction de la déformation plastique ; traction dans la direction circonférentielle.

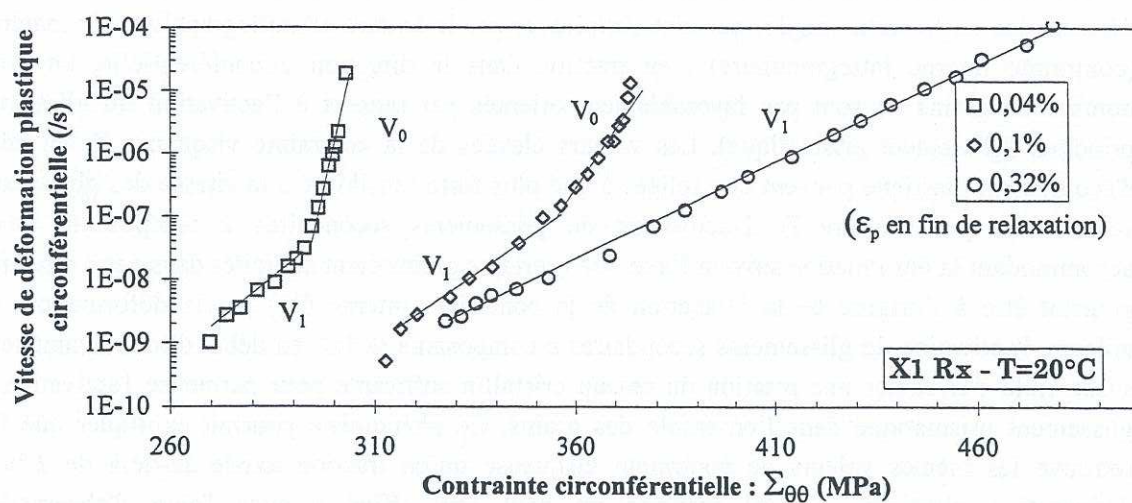
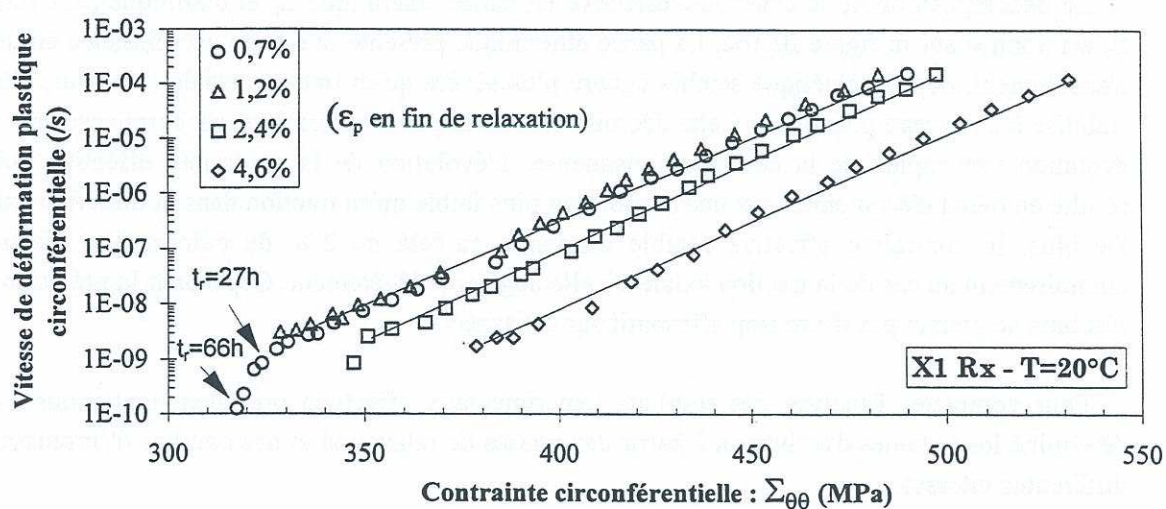
Les fortes valeurs de contrainte interne en début d'écoulement plastique (supérieure à celles déterminées en traction simple) peuvent s'expliquer par la texture cristallographique du matériau (contrainte interne intergranulaire) : en traction dans la direction circonférentielle, un grand nombre de grains ne sont pas favorablement orientés par rapport à l'activation du glissement principal (glissement prismatique). Les valeurs élevées de la contrainte visqueuse  $\Sigma_v$  en début d'écoulement plastique peuvent être reliées à une plus forte sensibilité à la vitesse des glissements secondaires (cf. chapitre I). L'activation de glissements secondaires à composante  $\langle c+a \rangle$  accommodant la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$  (certains grains étant sollicités dans cette direction) pourrait être à l'origine de la relaxation de la contrainte interne ( $X_i$ ) par la déformation. Par ailleurs, l'activation de glissements secondaires à composante  $\langle c+a \rangle$  en début d'écoulement serait susceptible d'entraîner une rotation du réseau cristallin suffisante pour permettre l'activation du glissement prismatique dans l'ensemble des grains. Ce phénomène pourrait expliquer que l'on retrouve les mêmes valeurs de contrainte visqueuse qu'en traction axiale au-delà de 2 % de déformation plastique. Un tel scénario ne peut être affiné qu'avec l'aide d'observations microstructurales post-mortem. En particulier, la présence de maclage pourrait aussi permettre la rotation du réseau cristallin. Ce point sera rediscuté au chapitre V à la lumière des observations en MET.

La décomposition de la contrainte effective en partie athermique  $\Sigma_a$  et thermiquement activée  $\Sigma_v$  est donnée sur la figure III.16c. La partie athermique présente une forte décroissance en début d'écoulement, dont la cinétique semble encore plus sévère qu'en traction axiale ; de plus, elle se stabilise à un niveau plus élevé. Cette décroissance de la partie athermique est compensée par une évolution très rapide de la contrainte visqueuse. L'évolution de la contrainte effective qui en résulte en début d'écoulement est une diminution plus faible qu'en traction dans la direction axiale. De plus, la contrainte effective semble constante au-delà de 2 % de déformation plastique, contrairement au cas de la traction axiale où elle augmente légèrement. Cependant la précision des résultats ne permet pas d'être trop affirmatif sur cet aspect.

Pour compléter l'analyse des résultats expérimentaux effectuée précédemment, nous avons déterminé les volumes d'activation à partir des phases de relaxation et des courbes d'écrouissage à différentes vitesses.

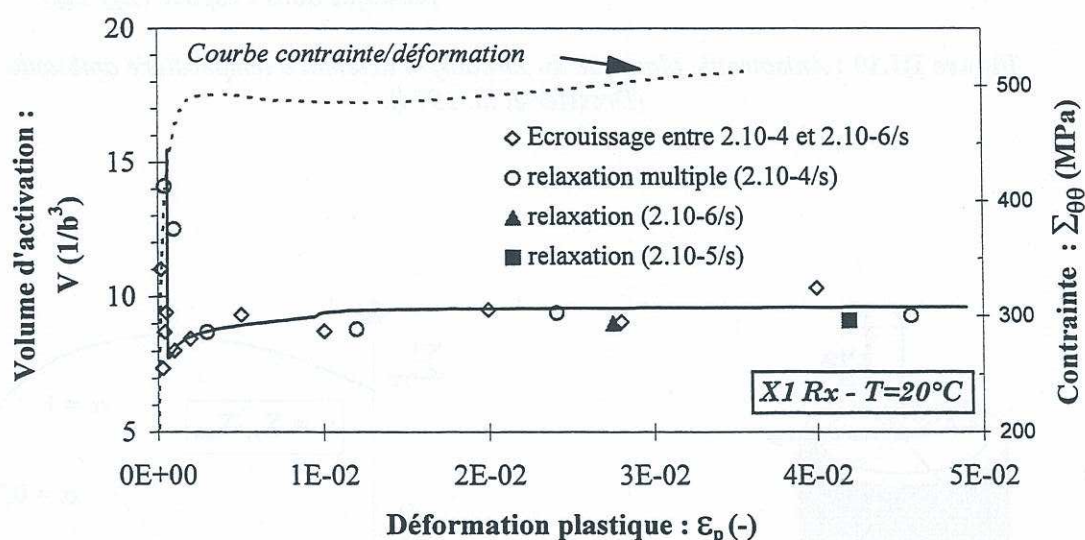
Les figures III.17 (a et b) donnent l'évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte circonférentielle pour les différentes phases de relaxation des essais à vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-4}$  /s. Les *deux premières phases* de relaxation mettent en évidence la présence de deux volumes d'activation (pentes notées  $V_0$  et  $V_1$  sur la figure), phénomène que l'on peut attribuer à une augmentation de la densité de dislocations mobiles. Certaines phases de relaxation ayant duré plus de 24 h, on montre que l'on obtient assez rapidement une saturation de l'amplitude relaxée (figure III.17b).



(a)  $\varepsilon_p < 0,5 \%$ (b)  $0,5 < \varepsilon_p < 5 \%$ 

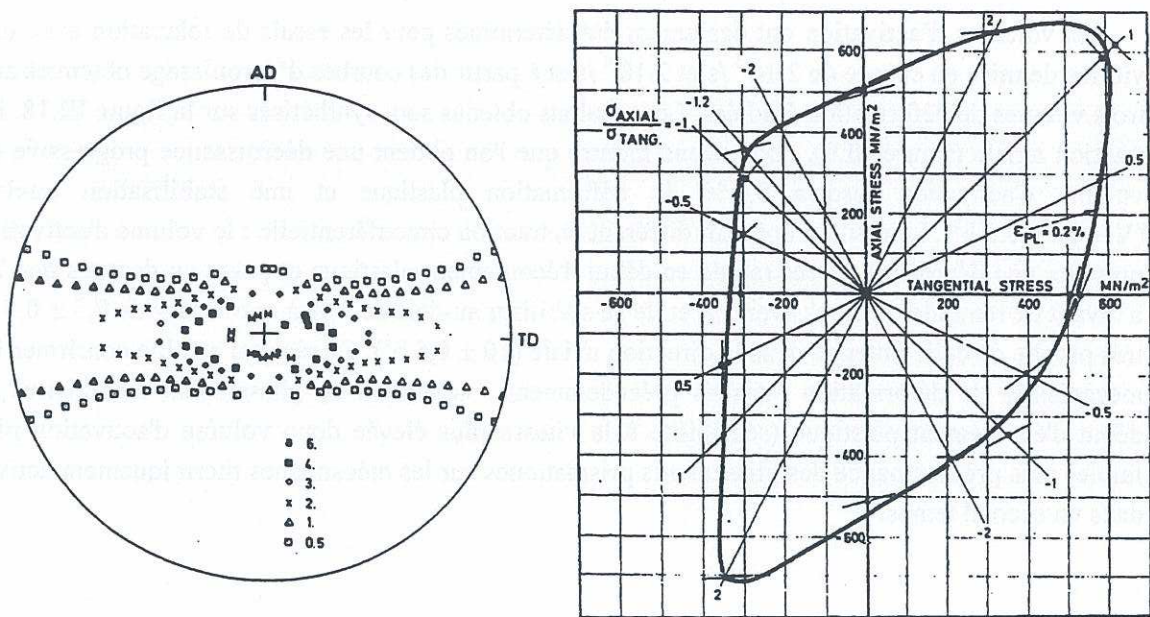
**Figure III.17 :** Détermination du volume d'activation pour les essais de relaxation en traction dans la direction circonférentielle (phases d'écroutissage à  $2 \cdot 10^{-4}$  /s).

Les volumes d'activation ont également été déterminés pour les essais de relaxation avec une vitesse de mise en charge de  $2.10^{-5}$  /s et  $2.10^{-6}$  /s et à partir des courbes d'érouissage obtenues aux trois vitesses de déformation étudiées. Les résultats obtenus sont synthétisés sur la figure III.18. En traction axiale (figure III.9), nous avons montré que l'on obtient une décroissance progressive du volume d'activation jusqu'à 0,5 % de déformation plastique et une stabilisation au-delà ( $V = 10 \pm 0,5 \text{ b}^3$ ). Le résultat apparaît différent en traction circonférentielle : le volume d'activation présente une décroissance très rapide en début d'écoulement plastique et passe en dessous des  $7,5 \text{ b}^3$  avant de remonter progressivement et de se stabiliser au-delà de 2 % à une valeur de  $9,5 \pm 0,5 \text{ b}^3$  très proche de celle obtenue dans la direction axiale ( $10 \pm 0,5 \text{ b}^3$ ). Ce résultat semble confirmer les mécanismes de déformation évoqués précédemment : activation de glissements secondaires en début d'écoulement plastique (sensibilité à la vitesse plus élevée donc volume d'activation plus faible) puis prédominance des glissements prismatiques sur les mécanismes thermiquement activés dans un second temps.



**Figure III.18 :** Volume d'activation en fonction de la déformation plastique déterminé en érouissage et en relaxation dans la direction circonférentielle des tubes.

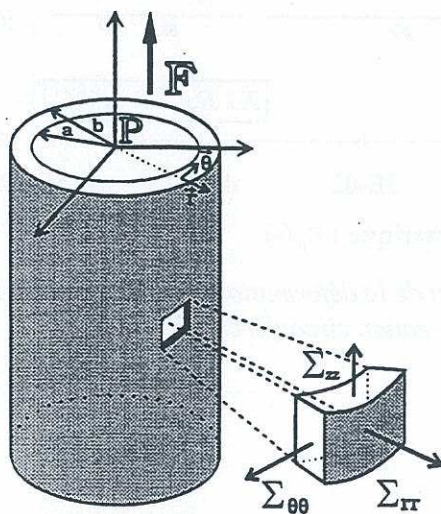




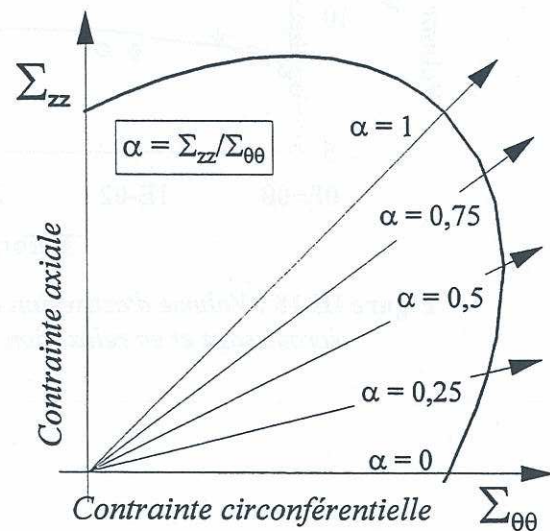
(a) Figure de pôles (0002)

(b) Surface de charge à 0,2 % de déformation plastique dans l'espace ( $\Sigma_{zz}$ ,  $\Sigma_{\theta\theta}$ )

**Figure III.19 :** Anisotropie plastique du Zircaloy-4 détendu à température ambiante (Dressler et al. 1974).



(a) Efforts imposés (Robinet 1995)



(b) Trajets de chargement étudiés

**Figure III.20 :** Définition des chargements combinant traction axiale et pression interne.



### III.2.3 Comportement sous chargement multiaxial

L'étude de l'anisotropie de comportement ne saurait se restreindre aux directions de chargement étudiées dans les deux paragraphes précédents. L'essai combinant pression interne et force axiale a déjà été largement utilisé dans le passé (Dressler *et al.* 1974 et 1977, Hunt 1975, Stehle *et al.* 1977, Murty *et al.* 1984). Cependant, ces études portent généralement sur le produit à l'état détendu, état métallurgique des tubes de gaine en Zircaloy-4 utilisés jusqu'à nos jours dans les centrales nucléaires. Dressler *et al.* (1974) ont utilisé des essais combinant **effort axial et pression interne ou externe** pour l'étude de l'anisotropie de tubes **en Zircaloy-4 à l'état détendu**. Ils ont ainsi déterminé la surface d'écoulement plastique à 0,2 % de déformation dans tout l'espace des contraintes ( $\Sigma_{zz}$ ,  $\Sigma_{\theta\theta}$ ) à température ambiante. La figure de pôles (0002) et la surface de plasticité qu'ils ont obtenues sont données sur la figure III.19. En pression interne (contrainte circonférentielle positive), l'écart avec la surface seuil de Von Mises est non négligeable pour un rapport de biaxialité  $\alpha$  ( $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$ ) compris entre 0,7 et 2. L'écart obtenu en pression externe apparaît nettement plus important. Toujours en pression externe, pour  $\alpha$  compris entre -1 et +1, les auteurs relatent un flambement très rapide au-delà de 0,2 à 0,3 % de déformation plastique. Cependant, les auteurs estiment que leurs résultats ne sont pas influencés par ce phénomène : "*We therefore felt that the observed strong anisotropy was not caused by any effect other than the variation of the biaxial state of stress.*"

#### III.2.3.1 Moyens expérimentaux mis en œuvre à EDF pour l'étude de l'anisotropie du produit X1 Rx

Pour l'étude de l'anisotropie du produit X1 Rx, nous avons utilisé une démarche expérimentale analogue, les moyens d'essais disponibles nous restreignant à une contrainte circonférentielle positive (pression interne). L'essai combinant effort axial (F) et pression interne (P) conduit à un état de contrainte tridimensionnel  $\Sigma$  (cf. figure III.20a). Le repère principal de cet état de contrainte coïncide avec la base locale du repère géométrique associé aux coordonnées cylindriques ( $e_r$ ,  $e_\theta$ ,  $e_z$ ). Les trois composantes de ce tenseur, contraintes radiale  $\Sigma_{rr}$ , circonférentielle  $\Sigma_{\theta\theta}$  et axiale  $\Sigma_{zz}$ , sont exprimées en fonction des efforts F et P en annexe A-II. Nous ne reviendrons pas sur le caractère hétérogène des champs de contrainte et de déformation évoqué au paragraphe précédent : l'ensemble des résultats présentés ici sont exprimés en grandeur moyenne (dans l'épaisseur du tube), grandeurs évaluées à partir de la méthode de dépouillement présentée en annexe A-II.

Sur la machine d'essai utilisée (cf. annexe A-II), l'effort axial est asservi à la pression, ce qui permet de garder un rapport de biaxialité  $\alpha$  ( $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$ ,  $\Sigma_{zz}$  et  $\Sigma_{\theta\theta}$  en grandeurs conventionnelles) constant pendant l'essai. Les principaux trajets de chargement étudiés sont représentés sur la figure III.20b. La machine est de plus équipée d'une extensométrie axiale et diamétrale. La plupart des essais ont été effectués à vitesse de déformation circonférentielle imposée de  $2 \cdot 10^{-4}$  /s.

#### III.2.3.2 Comportement élastique du produit X1 Rx

La double extensométrie nous permet en début d'essai de caractériser l'**élasticité du matériau**. Le monocristal de zirconium présente une anisotropie de comportement élastique. Cependant, Béchade (1994) a montré sur plusieurs tôles de Zircaloy de textures différentes que l'anisotropie élastique est peu marquée à l'échelle macroscopique : il obtient un écart maximum de 2 GPa entre



les sens long et travers pour un module d'Young compris entre 95 et 100 GPa à température ambiante.

En supposant le comportement élastique isotrope, il est aisé de déterminer le module d'Young et le coefficient de Poisson pour les différentes directions de chargement que nous avons étudiées (cf. annexe A-II). Les résultats obtenus sont présentés sur la figure III.21. La précision des mesures ne permet pas d'approcher l'anisotropie de comportement élastique : on obtient un module d'Young moyen de  $100 \pm 10$  GPa et un coefficient de Poisson moyen de  $0,35 \pm 0,04$ . Notons que la précision des mesures est fortement conditionnée par la base de mesure dans la direction circonférentielle, qui n'est autre que le diamètre du tube.

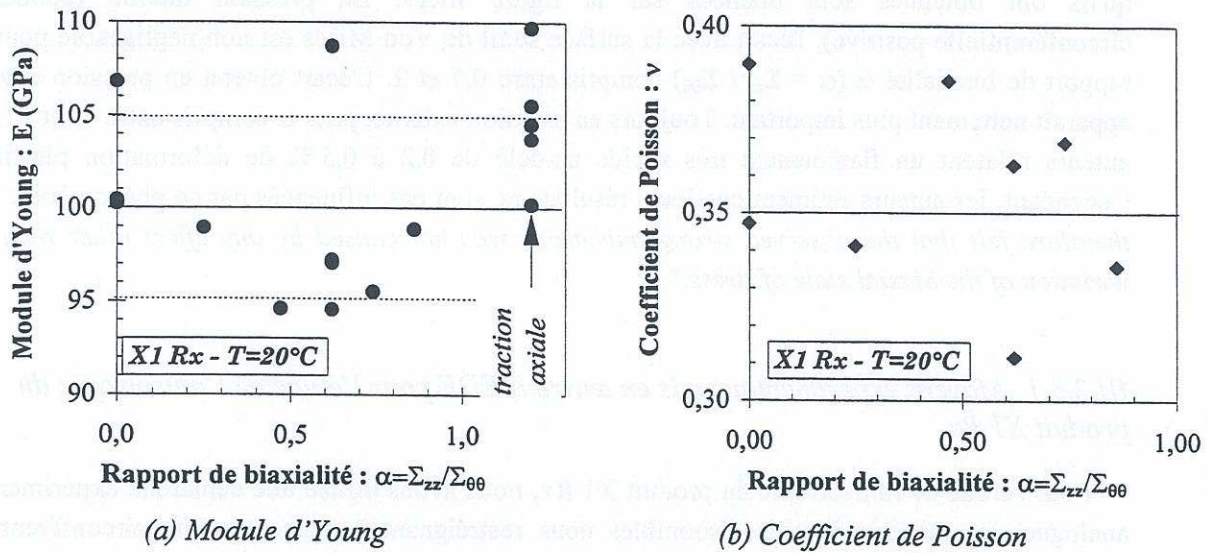


Figure III.21 : Détermination des coefficients d'élasticité isotrope lors des essais de traction axiale - pression interne.

### III.2.3.3 Plasticité anisotrope du produit X1 Rx

Pour l'étude de l'anisotropie plastique, nous ne nous sommes pas restreints à la surface de plasticité *initiale*, mais nous avons cherché à connaître son influence sur l'écrouissage du matériau. La difficulté est de quantifier cette anisotropie à partir d'informations non plus scalaires, mais tensorielles. La méthode classique est d'utiliser une grandeur équivalente, mais que nous ne connaissons pas à priori. Faute de mieux, nous avons choisi ici de présenter les résultats à l'aide de la contrainte équivalente de Von Mises utilisée pour les matériaux isotropes. Pour les différents rapports de biaxialité, l'écart obtenu avec la direction axiale, que nous prenons comme direction de référence, peut être considéré comme une quantification de l'anisotropie.

Pour les essais sous pression interne, les expressions des déformation plastique et contrainte équivalente s'expriment à l'aide des expressions III.2 et III.3 suivantes :

$$\bar{\epsilon}_p = (2/3 \epsilon_{ij}^p \epsilon_{ij}^p)^{1/2} = \sqrt{\frac{4}{3} \left[ (\epsilon_{\theta\theta}^p)^2 + (\epsilon_{zz}^p)^2 + \epsilon_{\theta\theta}^p \epsilon_{zz}^p \right]} \quad \text{III.2}$$

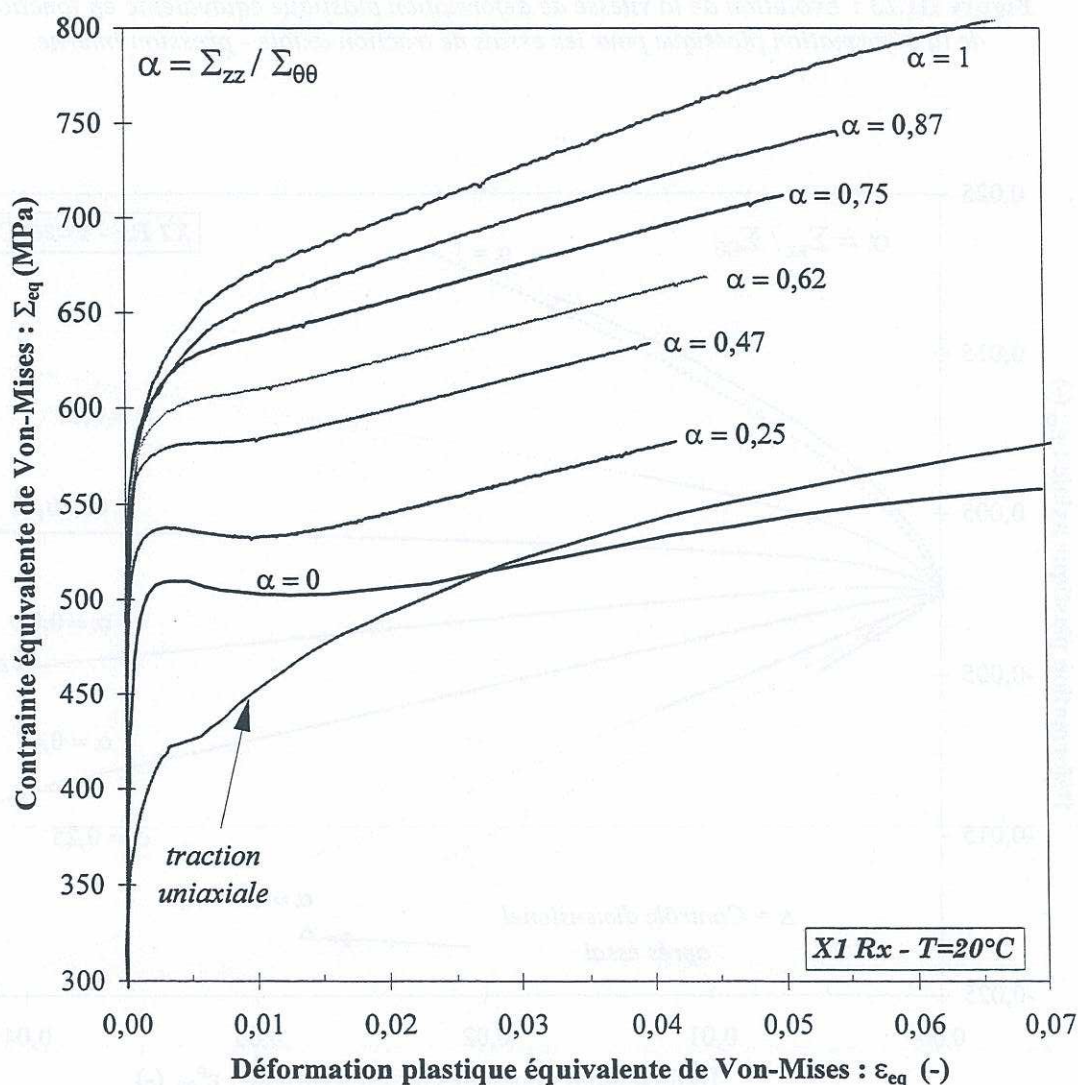


$$\bar{\Sigma} = \left( \frac{3}{2} S'_{ij} S'_{ij} \right)^{1/2} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\Sigma_{rr} - \Sigma_{\theta\theta})^2 + (\Sigma_{\theta\theta} - \Sigma_{zz})^2 + (\Sigma_{zz} - \Sigma_{rr})^2} \quad \text{III.3}$$

avec  $S'$ , tenseur déviatorique des contraintes :  $S' = \Sigma - 1/3 \text{tr}(\Sigma) \mathbf{1}$ .

L'hypothèse d'incompressibilité plastique est intégrée dans l'expression III.2 ; cette hypothèse a été vérifiée à l'aide des contrôles dimensionnels post-essais.

Les résultats obtenus en termes de contrainte équivalente en fonction de la déformation plastique équivalente sont donnés sur la figure III.22. L'écart avec la direction axiale ne cesse d'augmenter lorsque le rapport de biaxialité passe de 0 à 1. Pour les faibles valeurs du rapport de biaxialité  $\alpha$ , on retrouve le palier d'écoulement mentionné au paragraphe précédent pour la direction circonférentielle ( $\alpha = 0$ ). De même, le module d'écrouissage apparaît constant entre 1,5 et 4 % de déformation pour  $\alpha$  inférieur ou égal à 0,75, tandis qu'il ne cesse de décroître en fonction de la déformation plastique pour les valeurs de  $\alpha$  supérieures.



**Figure III.22 :** Courbes contrainte équivalente en fonction de la déformation plastique équivalente (au sens de von Mises) pour les essais de traction axiale - pression interne.



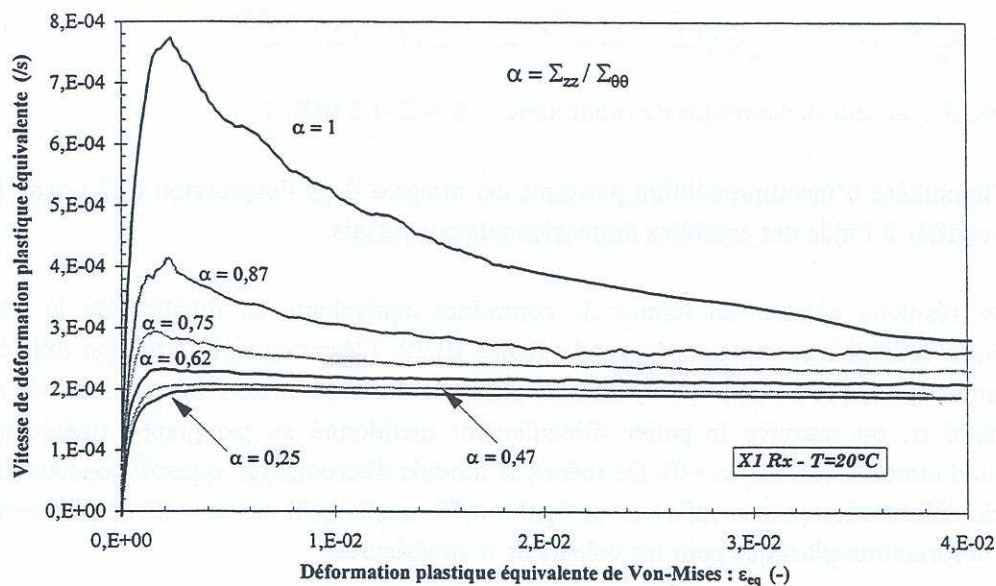


Figure III.23 : Evolution de la vitesse de déformation plastique équivalente en fonction de la déformation plastique pour les essais de traction axiale - pression interne.

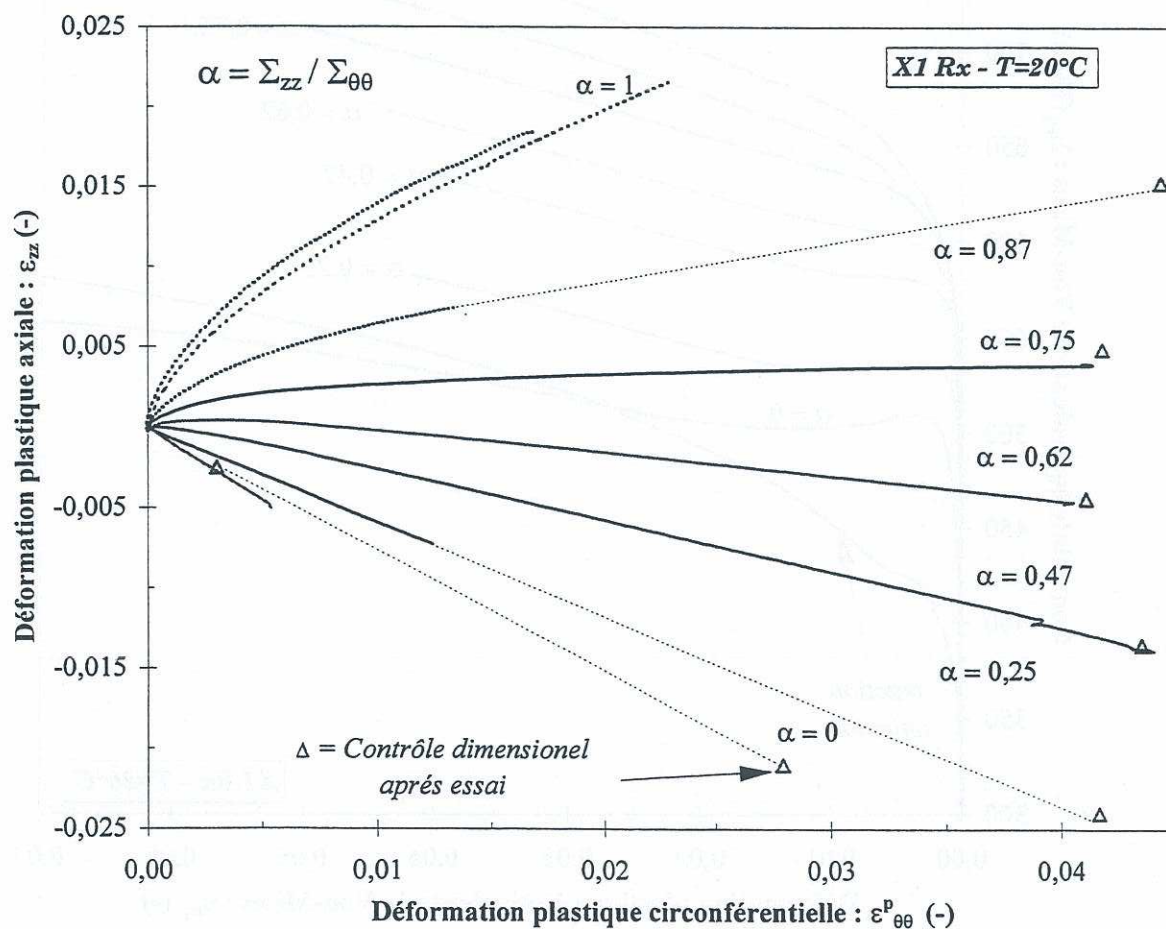


Figure III.24 : Directions d'écoulement lors des essais de traction axiale - pression interne.

Nous avons tenu à vérifier que les résultats précédents n'étaient pas influencés par des écarts de vitesse de chargement. En effet, les essais étant pilotés à vitesse de déformation circonférentielle totale imposée, les rapports de biaxialité étudiés conduisent à différentes vitesses de déformation plastique équivalente (cf. figure III.23). Pour  $\alpha \geq 0,75$ , la vitesse de déformation plastique est de 2 à 4 fois plus élevée que dans les autres directions de chargement en début d'écoulement. Ce fait doit se traduire par une contrainte visqueuse plus élevée (pour 3 décades d'écart sur les vitesses de déformation en traction uniaxiale, on obtient une différence de 75 MPa sur les contraintes d'écoulement (figure III.4)). Cependant, pour  $\alpha=1$ , au-delà de 0,3 % de déformation plastique, la vitesse de déformation équivalente ne cesse de décroître tandis que l'écart de contrainte équivalente avec les autres directions de chargement ne cesse d'augmenter. Les écarts de vitesses entre les différents chargements étudiés ne jouent donc qu'un rôle secondaire sur les résultats obtenus.

Pour compléter cette analyse, nous nous sommes intéressés aux directions d'écoulement plastique, en traçant la déformation plastique axiale en fonction de la déformation plastique circonférentielle (figure III.24). Ces résultats mettent en évidence des rotations de directions d'écoulement plastique. Pour  $\alpha$  égal à 0 et 0,25, la direction d'écoulement ne paraît pas modifiée par l'écoulement plastique. Pour  $\alpha$  compris entre 0,47 et 0,87, la direction d'écoulement est fortement modifiée au début de la plasticité, puis se stabilise au-delà de 0,5 à 1,5 % de déformation plastique. Pour  $\alpha$  égal à 1, la direction d'écoulement plastique continue d'évoluer jusqu'à au moins 2 % de déformation plastique équivalente.

Pour être plus précis, nous avons reporté dans le tableau III.2 le rapport entre les vitesses de déformation plastique axiale et circonférentielle pour des niveaux de déformation plastique de 0,02 % et 2 %. Ces valeurs, indiquées pour les différents rapports de biaxialité étudiés, sont comparées aux valeurs théoriques obtenues pour un matériau isotrope de Von Mises vérifiant la règle de normalité. Quel que soit le rapport de biaxialité et le niveau de déformation, les valeurs obtenues pour le produit  $X1 Rx$  sont très différentes des valeurs théoriques pour un matériau isotrope. Pour les deux premières valeurs de  $\alpha$  (0 et 0,25), on obtient une légère rotation de la direction d'écoulement non décelable sur la figure III.24 ; ce résultat est similaire à celui observé en traction ( $\alpha = \infty$ ).

$\dot{\epsilon}_{zz}^p / \dot{\epsilon}_{\theta\theta}^p$	Rapport de biaxialité : $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$							
	0	0,25	0,47	0,62	0,75	0,87	1	$\infty$
$\epsilon_p = 0,02 \%$	-0,9	-0,7	-0,1	0,38	1,25	2,7	4,5	-1,3
$\epsilon_p = 2 \%$	-0,8	-0,6	-0,3	-0,1	0,1	0,47	1,15	-1,1
isotropie	-0,45	-0,24	0,01	0,22	0,41	0,67	1	-2

**Tableau III.2 :** Etude de l'anisotropie d'écoulement plastique ( $\dot{\epsilon}_{zz}^p / \dot{\epsilon}_{\theta\theta}^p$ ) pour le produit  $X1 Rx$  ; essais d'écrouissage à 20 °C.



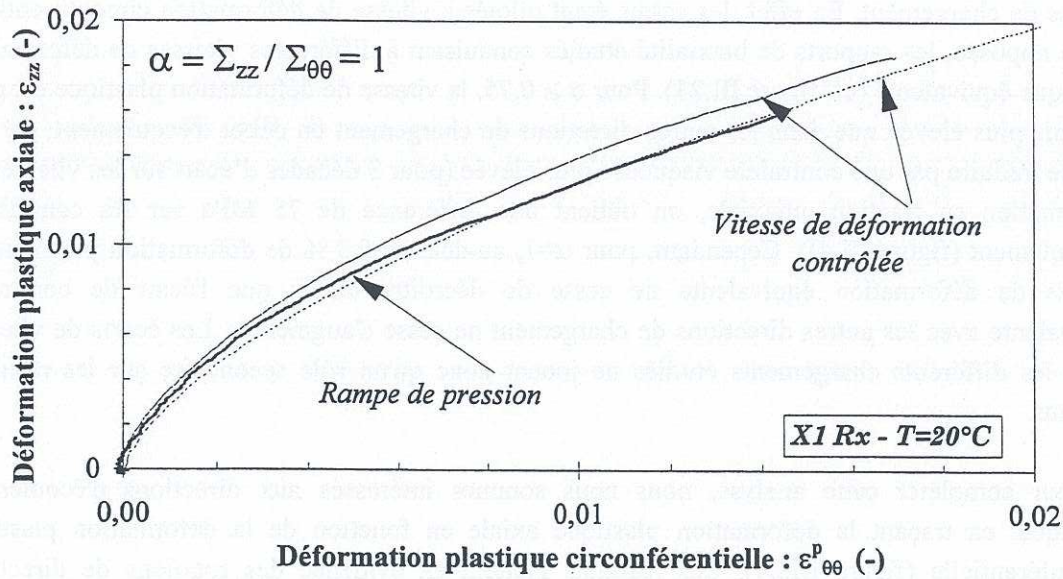


Figure III.25 : Directions d'écoulement en rampe de pression et en vitesse de déformation circconférentielle contrôlée ( $2 \cdot 10^{-4}$  /s) pour un rapport de biaxialité  $\alpha = 1$ .

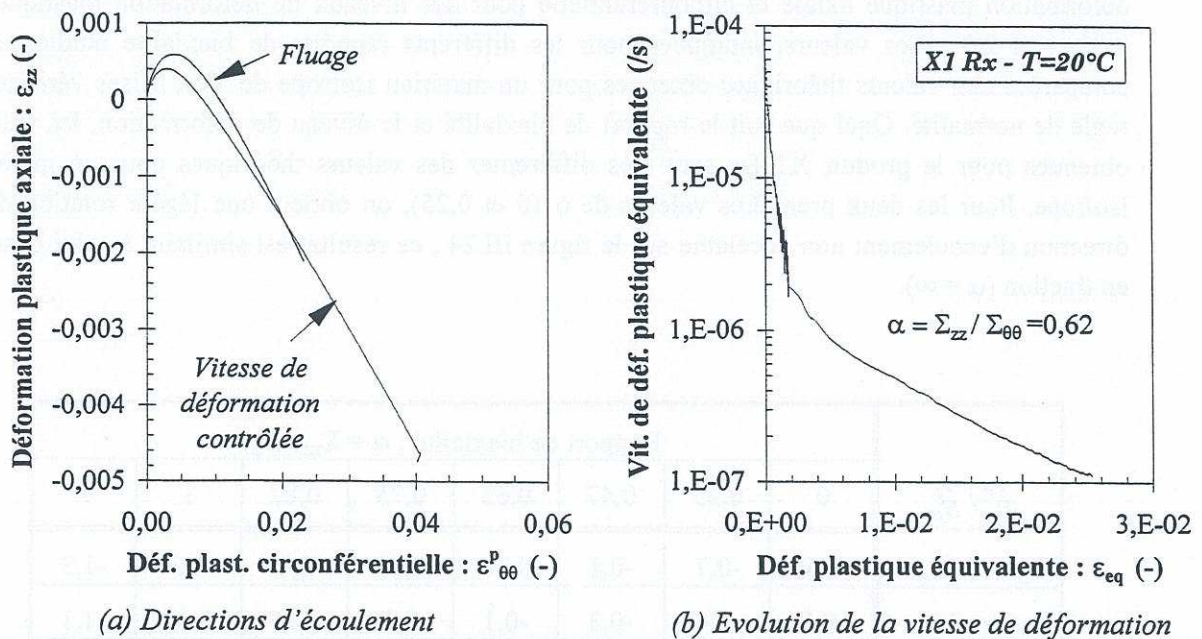


Figure III.26 : Essai de fluage en limite d'élasticité ( $\Sigma_{\theta\theta} = 530$  MPa et  $\Sigma_{eq} = 500$  MPa) pour un rapport de biaxialité  $\alpha = 0,62$ .

Les contrôles dimensionnels effectués avant et après essai nous ont permis de calculer les déformations en fin d'essai (cf. annexe A-II). Les résultats obtenus sont indiqués sur la figure III.24 à l'aide de symboles triangulaires. Pour  $\alpha$  compris entre 0,47 et 0,75, ces résultats valident les mesures effectuées par extensométrie. Pour  $\alpha$  égal à 0 et 0,25, des problèmes de flambement ont perturbé les mesures de l'extensomètre axial : le contrôle dimensionnel a permis de vérifier qu'il n'y avait pas de rotation de la direction d'écoulement plastique et ainsi de *recalculer* l'allongement axial pendant tout l'essai. Un raisonnement analogue a été utilisé pour  $\alpha$  égal à 0,87 où l'extensomètre axial a glissé pendant l'essai.

Pour  $\alpha$  égal à 1, un essai a été réalisé en rampe de pression (3,2 bars/s  $\sim$  0,32 MPa/s). Cet essai nous a permis de vérifier que les directions d'écoulement plastique ne sont pas influencées par le mode de pilotage (figure III.25). De même pour  $\alpha$  égal à 0,62, nous avons effectué un essai de fluage en limite d'élasticité apparente (mise en charge en rampe de pression de 0,32 MPa/s). Les résultats sont présentés sur la figure III.26 en terme de directions d'écoulement et d'évolution de la vitesse de déformation plastique équivalente. Pour les directions d'écoulement plastique, on obtient un résultat analogue à celui obtenu en écrouissage, ce qui signifie que l'on est en présence des mêmes mécanismes de déformation. Pour l'évolution de la vitesse de déformation plastique équivalente en fonction de la déformation plastique, on obtient une forte décroissance de la vitesse d'écoulement en début d'écoulement, puis une évolution quasi-linéaire. Cette évolution est analogue à celle obtenue pour les essais de fluage dans la direction axiale, avec toutefois une décade de plus sur les valeurs des vitesses. Cette différence peut être attribuée à des valeurs de contrainte visqueuse plus élevées et/ou à l'activation de glissements secondaires plus sensibles à la vitesse de déformation.

#### III.2.3.4 Plasticité anisotrope des produits U483 et U556

Les essais de traction-pression interne sur les produits U483 et U556 ont été effectués au LMA-RC selon une procédure différente à celle précédemment décrite : le rapport des déformations axiale et circonférentielle est maintenu constant pour une vitesse de déformation équivalente de  $6,6 \cdot 10^{-4}$  /s (figure III.27). Les résultats expérimentaux pour le produit U483 sont reportés sur la figure III.28. Les contraintes d'écoulement (contraintes équivalentes au sens de Von Mises) sont toujours plus élevées pour les essais combinant traction axiale et pression interne (figure III.28a). Contrairement au mode de pilotage utilisé pour le produit X1 Rx, les directions d'écoulement plastique restent constantes (figure III.28b) tandis que les directions de chargement en contrainte évoluent (figures III.28c et d). Pour le produit U556, les résultats sont tout-à-fait similaires (figure III.29).



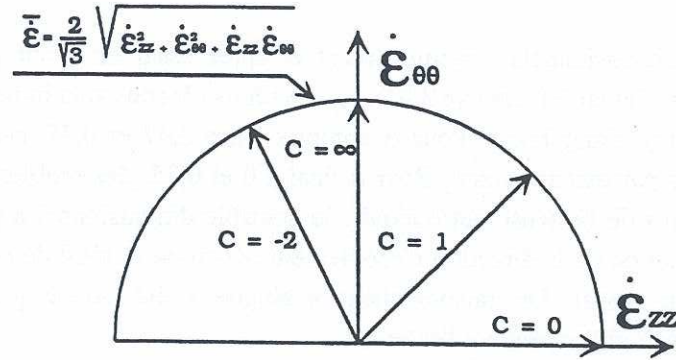


Figure III.27 : Description des trajets de chargements réalisés au LMA-RC en traction axiale et pression interne (Robinet 1995).

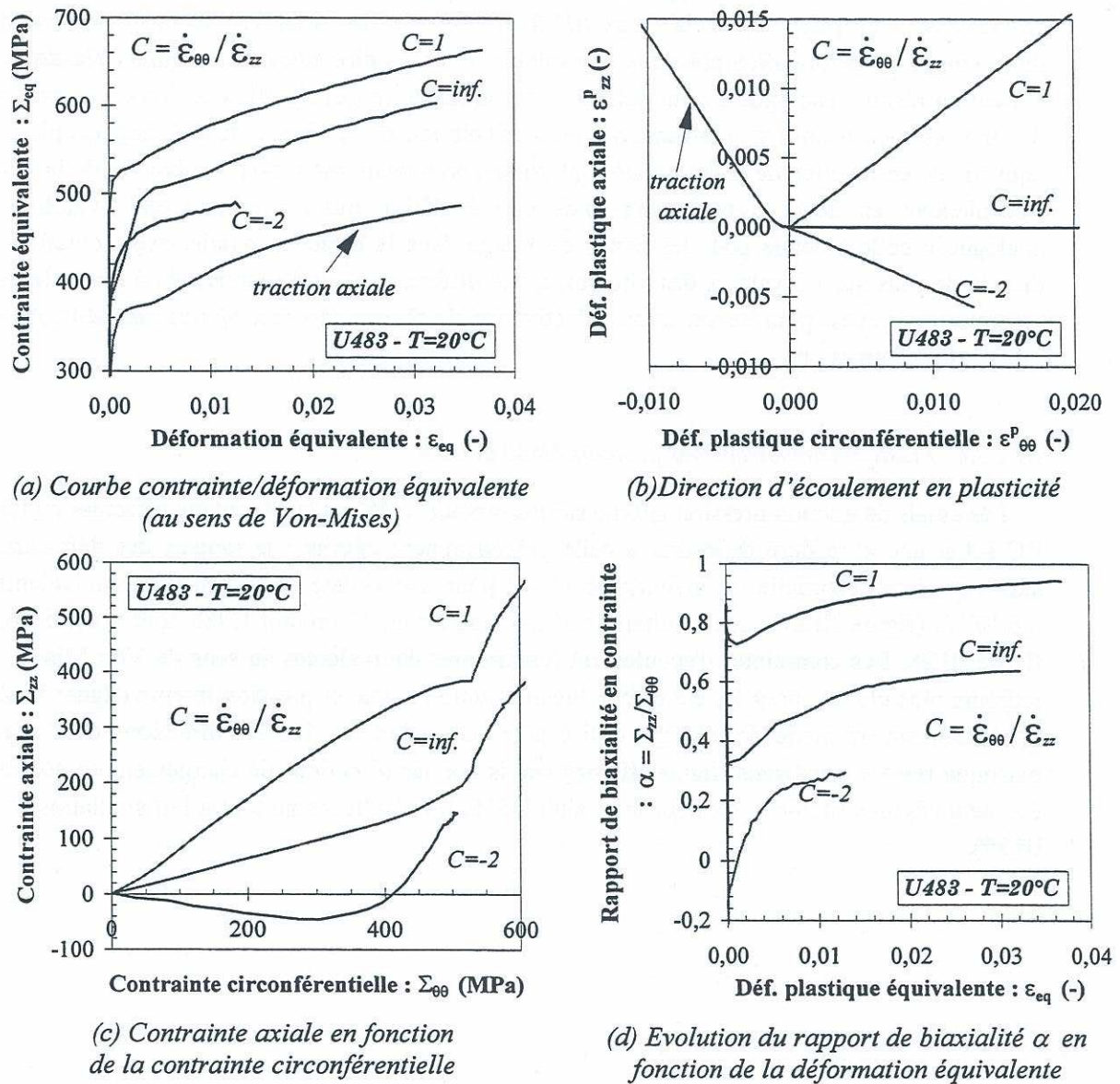
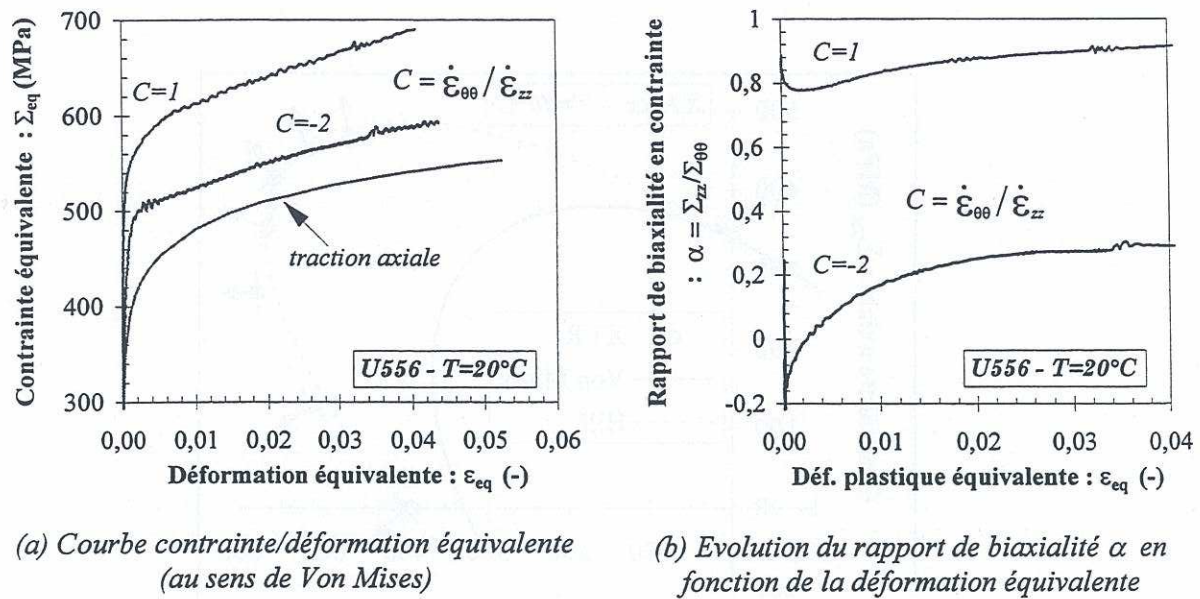


Figure III.28 : Essai de traction axiale - pression interne piloté en rapport de déformation totale imposé ( $C = \dot{\epsilon}_{\theta\theta} / \dot{\epsilon}_{zz}$ ), produit U483 [Robinet (1995)].



**Figure III.29 :** Essai de traction axiale - pression interne piloté en rapport de déformation totale imposé ( $C = \dot{\epsilon}_{\theta\theta} / \dot{\epsilon}_{zz}$ ), produit U556 (Robinet et Geyer 1997).

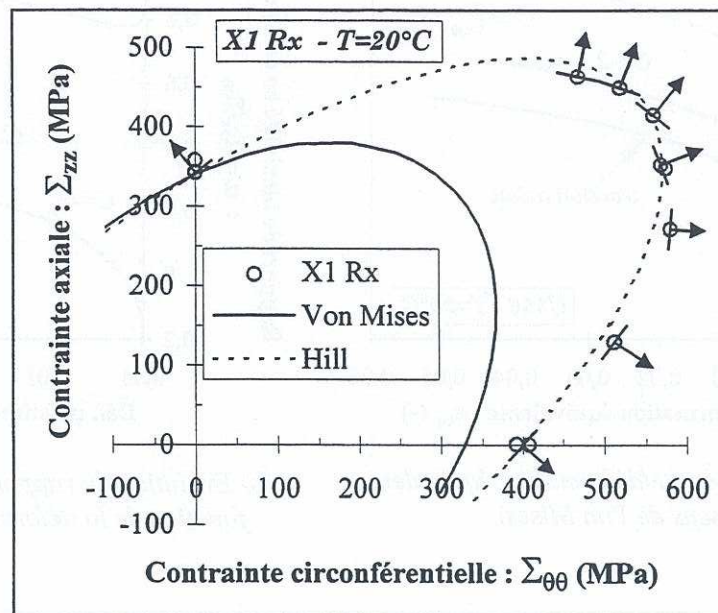
### III.2.3.5 Surfaces de plasticité

Revenons à la notion de surface de plasticité (ou surface de charge) évoquée en début de paragraphe. Le chargement en effort axial et pression interne conduit à un état de contrainte triaxial. Cependant les contraintes radiale et circonférentielle sont toutes deux proportionnelles à la pression interne ; les champs de contraintes obtenus sont donc contenus dans un même plan dans l'espace des contraintes principales ( $\Sigma_{rr}$ ,  $\Sigma_{\theta\theta}$ ,  $\Sigma_{zz}$ ). Par ailleurs la contrainte radiale reste faible devant la contrainte circonférentielle :  $\Sigma_{rr} = \beta \Sigma_{\theta\theta}$  avec  $\beta = e/\phi_{int}$ ,  $e$  étant l'épaisseur du tube et  $\phi_{int}$  le diamètre interne. Pour simplifier la représentation de la surface de charge, il est donc raisonnable de se placer dans le plan ( $\Sigma_{\theta\theta}$ ,  $\Sigma_{zz}$ ). Notons cependant que pour tracer la surface de charge pour un équivalent donné (critère de Von Mises par exemple), il convient de ne pas négliger la contrainte radiale : ceci peut entraîner des erreurs sur les contraintes axiales et circonférentielles allant jusqu'à 20 % pour les tubes testés au LMA-RC et jusqu'à 13 % pour le produit X1 Rx (pour un rapport de biaxialité égal à 1).

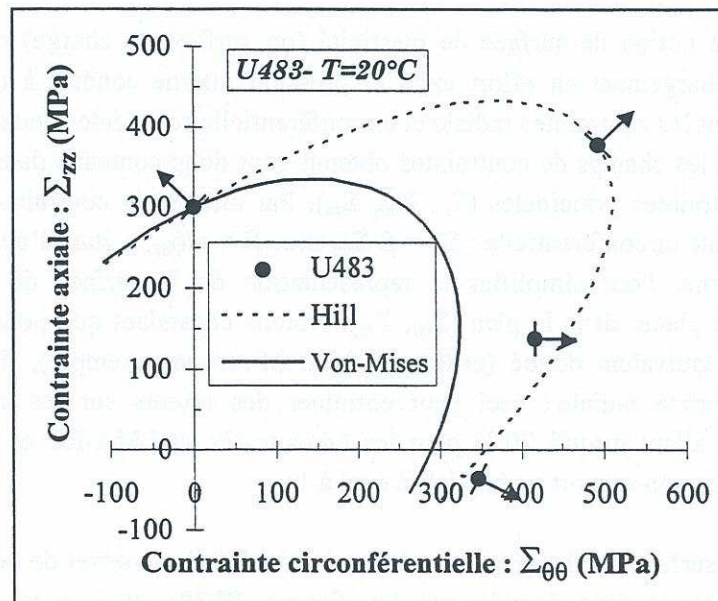
Pour tracer la surface de charge, il est nécessaire de définir un *offset* de déformation plastique<sup>3</sup>. Les résultats obtenus sont donnés sur les figures III.30a et b pour un *offset*  $\epsilon_p = 2.10^{-4}$ , respectivement pour les produits X1 Rx et pour le produit U483 testé par Robinet (1995). Les directions d'écoulement sont également indiquées pour chaque rapport de biaxialité étudié.

<sup>3</sup> Pour les essais multiaxés, on se heurte encore au choix de la grandeur à comparer à l'*offset* retenu. Nous avons considéré la déformation plastique équivalente dans notre travail ; ce choix conduit à une *précision* suffisante pour l'exploitation que nous faisons de la surface de charge. D'autres auteurs utilisent un équivalent *plus fin* tel qu'un travail plastique équivalent (Ballinger *et al.* 1980).





(a) Produit X1 Rx



(b) Produit U483

Figure III.30 : Surface de charge à température ambiante dans l'espace  $(\Sigma_{\theta\theta}, \Sigma_{zz})$  (offset de déformation plastique de  $2 \cdot 10^{-4}$ ).

Pour évaluer l'écart avec l'isotropie, nous avons tracé sur les mêmes graphes les surfaces de charge obtenues avec le critère de Von-Mises, en prenant la direction axiale comme direction de référence. De même, nous avons cherché à représenter la surface obtenue avec le critère de plasticité anisotrope proposé par Hill dont l'expression est donnée ci-après pour le cas particulier des chargements de traction-pressure interne (III.4).

$$\bar{\Sigma} = \sqrt{F(\Sigma_{rr} - \Sigma_{\theta\theta})^2 + G(\Sigma_{\theta\theta} - \Sigma_{zz})^2 + H(\Sigma_{zz} - \Sigma_{rr})^2} \quad \text{III.4}$$

Les trois paramètres F, G et H ont été identifiés de manière à *passer* au mieux par les points expérimentaux ; les valeurs obtenues pour les produits X1 Rx et U483 sont indiquées dans le tableau III.3. Ce critère est équivalent au critère de Von Mises avec F=G=H=0,5.

( $\varepsilon_p = 0,02 \%$ )	F	G	H
X1 Rx	0,077	0,63	0,36
U483	0,067	0,64	0,36

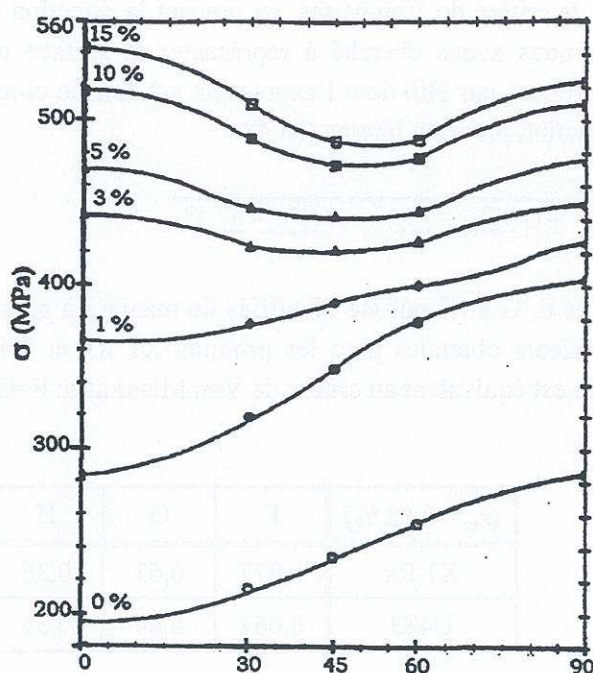
**Tableau III.3 :** Paramètres du critère de Hill identifiés sur les surfaces de charge (offset de  $2.10^{-4}$ ) pour les produits X1 Rx et U483.

L'anisotropie observée est nettement plus marquée que celle obtenue sur le Zircaloy-4 à l'état détendu (cf. figure III.19). Le critère anisotrope de Hill permet de décrire assez bien la forme de la surface de charge (figure III.30). Cependant, pour les essais effectués sur le produit X1 Rx et des rapports de biaxialité  $\alpha$  compris entre 0,47 et 1, les directions d'écoulement s'écartent des normales à la surface de charge définie par le critère de Hill (figure III.30a et tableau III.4). Rappelons de plus qu'on s'intéresse ici uniquement à l'*initiation* de la plasticité. La description du comportement du matériau par une approche macroscopique et phénoménologique nécessite d'introduire d'autres matrices d'anisotropie liées aux lois d'évolution des variables d'écrouissage (Delobelle *et al.* 1995, Allais *et al.* 1996).

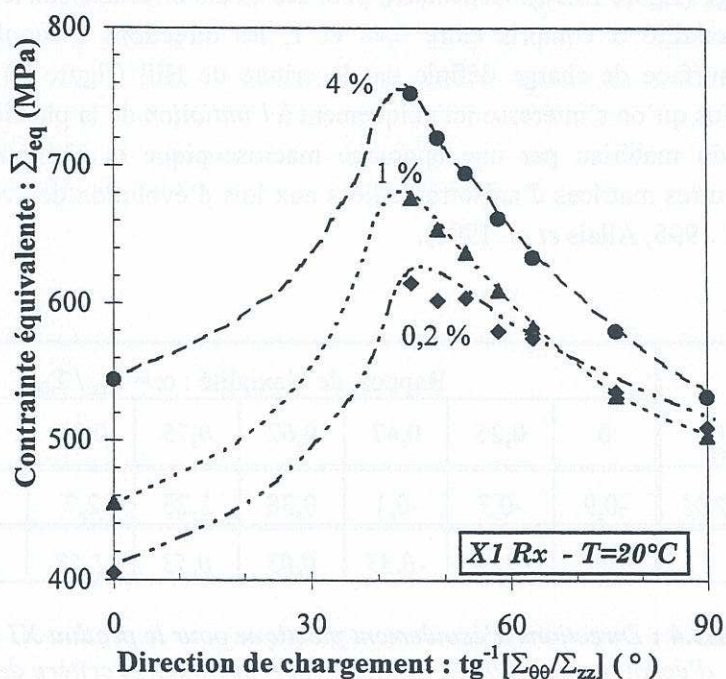
$\dot{\varepsilon}_{zz}^p / \dot{\varepsilon}_{\theta\theta}^p$	Rapport de biaxialité : $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$							
	0	0,25	0,47	0,62	0,75	0,87	1	$\infty$
$\varepsilon_p = 0,02 \%$	-0,9	-0,7	-0,1	0,38	1,25	2,7	4,5	-1,3
Hill	-0,85	-0,64	-0,33	0,03	0,53	1,58	3,90	-1,57

**Tableau III.4 :** Directions d'écoulement plastique pour le produit X1 Rx lors d'essais d'écrouissage à 20 °C, résultats expérimentaux et critère de Hill.





**Figure III.31 :** Contraintes d'écoulement en traction simple pour différents niveaux de déformation plastique en fonction de la direction de prélèvement d'éprouvettes plates sur une tôle en Zr 702 à température ambiante (Allais et al. 1996).



**Figure III.32 :** Evolution des contraintes d'écoulement en fonction de la direction de chargement  $\text{tg}^{-1}(\alpha)$  pour 0,2 % - 1 % et 4 % de déformation plastique, produit X1 Rx à 20 °C.

### III.2.3.6 Eprouvettes tubulaires et éprouvettes plates : chargements uniaxés et multiaxés

De nombreux travaux sont relatés dans la littérature sur l'anisotropie de comportement mécanique d'alliages de zirconium se présentant sous la forme de produits plats. Allais *et al.* (1996) ont étudié l'anisotropie plastique d'une tôle en zirconium 702<sup>4</sup> à l'aide d'essais de traction pour différents sens de prélèvements des éprouvettes (de 0° pour le sens long à 90° pour le sens travers) entre 20 et 200 °C. Pour les produits plats, les directions d'écoulement plastique sont caractérisées par les coefficients de Lankford : les auteurs obtiennent une forte évolution de ces coefficients jusqu'à 3 à 4 % de déformation plastique, puis une stabilisation au delà. Ces résultats peuvent être reliés aux rotations d'écoulement évoquées au paragraphe précédent. De même, ils montrent que la variation de volume est négligeable en plasticité.

Les résultats qu'ils obtiennent sont exprimés sur la figure III.31 en termes de contrainte d'écoulement en fonction de la direction de prélèvement pour différents niveaux de déformation plastique. Jusqu'à 1 % de déformation plastique, la contrainte d'écoulement dans le sens long de la tôle est la plus faible, mais cette tendance n'est plus vérifiée au-delà de 3 % de déformation. Ce résultat peut être relié à ceux que nous avons obtenus au paragraphe précédent dans les directions axiale et circonférentielle. De plus les écarts entre les contraintes d'écoulement pour les différents sens de prélèvement deviennent inférieures à 20 MPa entre 3 et 5 % de déformation.

Pour comparer ce résultat au comportement du produit X1 Rx, nous avons tracé sur la figure III.32, les contraintes d'écoulement (équivalent de Von Mises), pour les niveaux de déformation plastique de 0,2, 1 et 4 %, en fonction de la direction de chargement définie à partir du rapport de biaxialité :  $\theta = \tan^{-1}(\alpha)$ . On retrouve le résultat obtenu sur les courbes contrainte/déformation plastique équivalente : la contrainte d'écoulement dans la direction équibiaxée ( $\alpha = 1 \Rightarrow \theta = 45^\circ$ ) est la plus élevée tout au long du régime d'écoulement plastique étudié ( $\varepsilon^p \leq 6\%$ ). Ces résultats montrent la **différence intrinsèque entre les chargements uniaxés sur éprouvettes plates et les chargements multiaxés sur produits tubulaires** pour l'étude de l'anisotropie.

Ballinger *et al.* (1980) ont réalisé des essais dans le sens travers court ( $\approx e_\pi$ ), sur deux tôles en Zircaloy-2 à l'état détendu de 12,7 mm d'épaisseur, pour des textures présentant toujours une orientation préférentiellement radiale des axes  $\langle c \rangle$ . L'anisotropie apparaît exacerbée par rapport aux essais dans les sens long et travers de la tôle : ils mettent clairement en évidence la difficulté d'accommoder la déformation plastique selon l'axe  $\langle c \rangle$  pour les alliages de zirconium. Par ailleurs, ils ont mis en évidence des rotations de texture dès 1,5 % de déformation pour des directions de chargement sollicitant l'axe  $\langle c \rangle$ . La présence d'un crochet de traction est souvent relatée dans la littérature pour les tôles en alliage de zirconium : le crochet n'apparaît généralement pas pour les sollicitations dans le sens long, mais dans le sens travers (Ballinger *et al.* 1980, Allais *et al.* 1996 et Pujol 1994).

<sup>4</sup> Vis-à-vis de la texture, la tôle étudiée est *analogue* à nos produits, en associant le sens long (SL) à la direction axiale des tubes ( $e_z$ ), et le sens travers (ST) à la direction circonférentielle ( $e_\theta$ ).



### III.2.3.7 Plasticité anisotrope sous chargement de traction-torsion

Pour les produits tubulaires, il est également possible d'étudier l'anisotropie pour des sollicitations de traction-torsion. Une telle étude a été réalisée sur le produit U483 par Robinet (1995). La définition des chargements étudiés et la surface de charge obtenue pour un offset de  $2 \cdot 10^{-4}$  sont données respectivement sur les figures III.33 et III.34. Les résultats obtenus montrent que l'alliage étudié présente une *résistance moindre* en torsion qu'en traction.

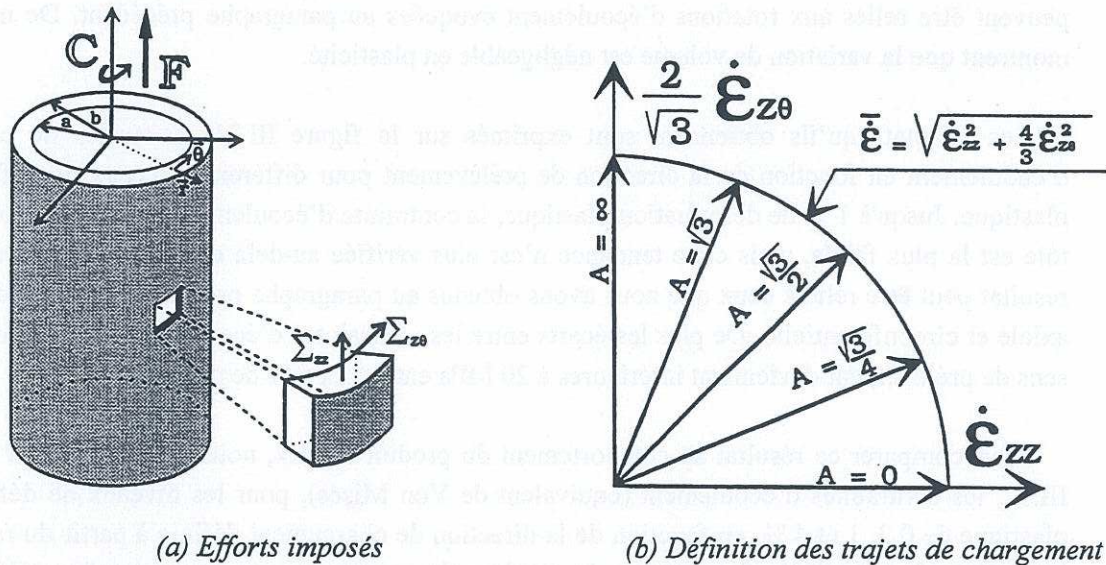


Figure III.33 : Description des essais de traction-torsion (Robinet 1995).

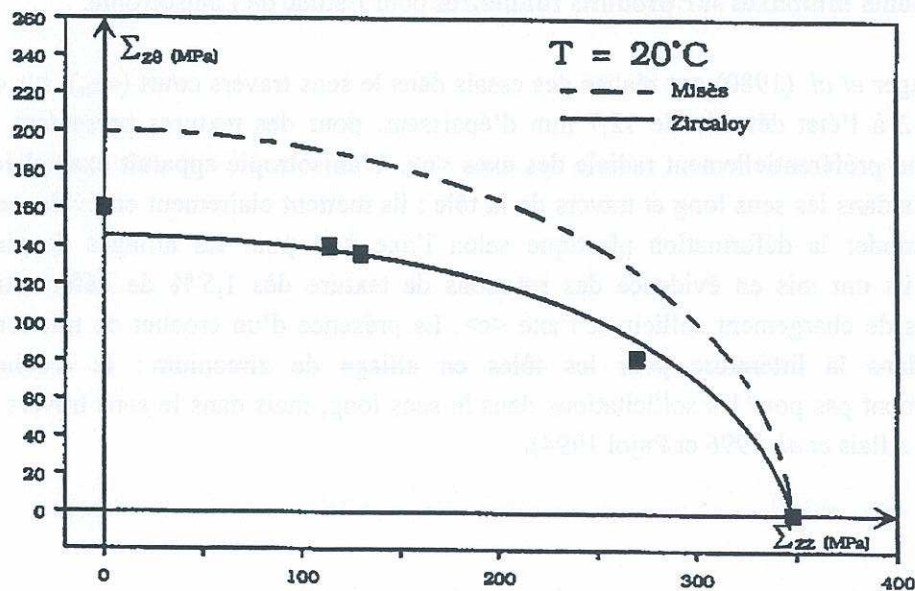


Figure III.34 : Surface de charge en traction-torsion pour le produit U483 à  $20^\circ\text{C}$  (Robinet 1995).



### III.3 COMPORTEMENT DES PRODUITS ETUDIÉS A 350 °C

Nous reprenons ici une démarche analogue à celle employée pour l'étude expérimentale à température ambiante dans les directions axiale et *circonférentielle* (pression interne avec reprise de l'effet de fond) : détermination des modules d'écrouissage en traction simple, étude de la sensibilité à la vitesse de déformation et détermination des volumes d'activation, détermination des contraintes internes et effectives à partir d'essais de charge/décharge et de relaxation multiple. Aussi, pour alléger la présentation, nous présentons les résultats obtenus dans les deux directions précédentes dans un même paragraphe, puis les résultats obtenus dans les autres directions dans un second paragraphe.

#### III.3.1 Comportement dans les directions axiale et circonférentielle des tubes

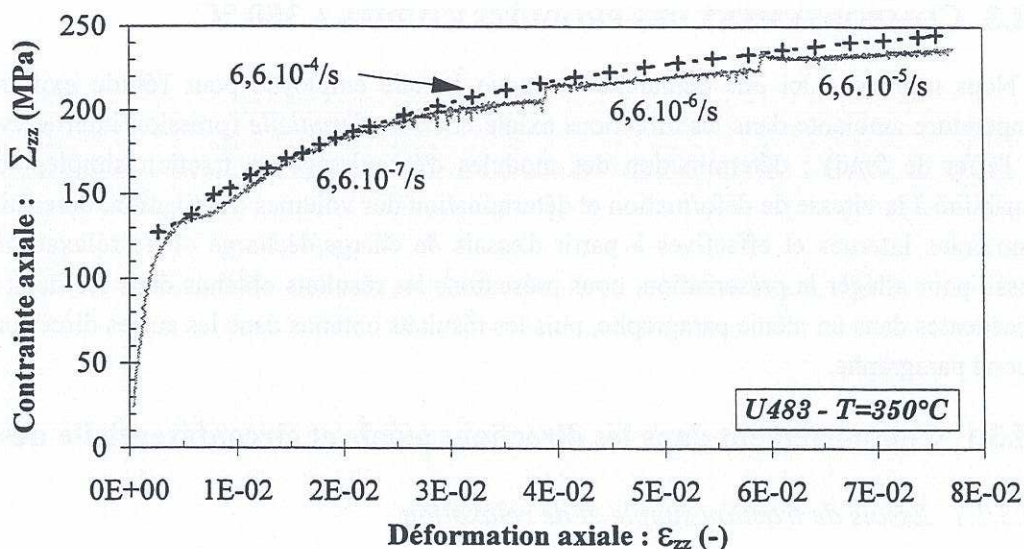
##### III.3.1.1 Essais de traction simple et de relaxation

La figure III.35 donne les résultats des essais de traction dans le sens axial des tubes pour le produit U483 (d'après Robinet 1995), pour un essai à  $6,6 \cdot 10^{-4}$  /s et un essai avec sauts de vitesses entre  $6,6 \cdot 10^{-7}$  /s et  $6,6 \cdot 10^{-5}$  /s. Ces résultats montrent un très faible effet de vitesse et la présence d'un crochet de traction aux changements de la vitesse ; le crochet de traction en début d'écoulement observé à température ambiante est toujours présent.

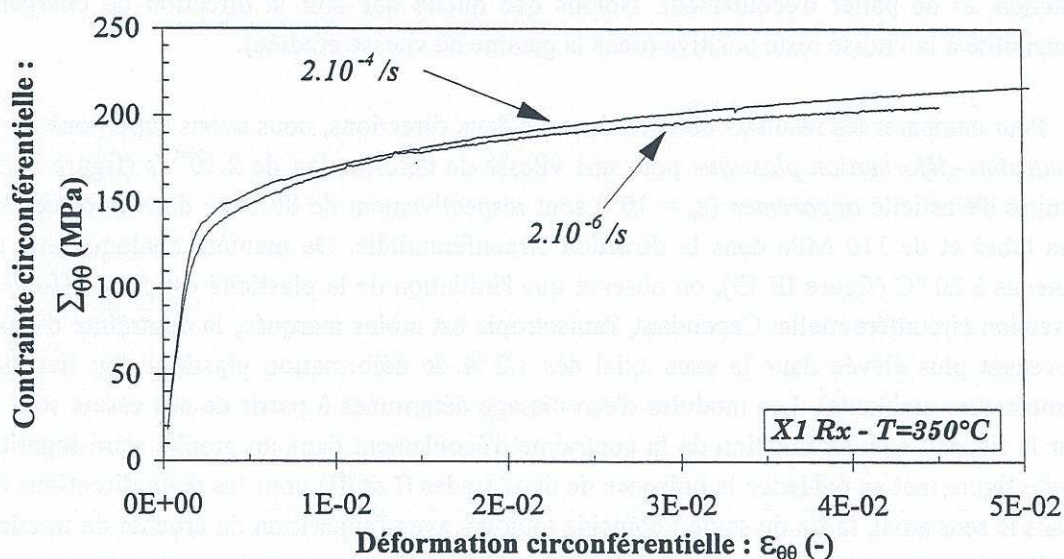
Dans la direction circonférentielle, les niveaux de vitesse de  $2 \cdot 10^{-4}$  /s et de  $2 \cdot 10^{-6}$  /s ont été étudiés (figure III.36) : on observe encore un très faible effet de vitesse, mais pas de crochet de traction, et de palier d'écoulement. Notons que quelle que soit la direction de chargement, la sensibilité à la vitesse reste positive (dans la gamme de vitesse étudiée).

Pour comparer les résultats obtenus dans les deux directions, nous avons superposé les courbes *contrainte-déformation plastique* pour une vitesse de déformation de  $2 \cdot 10^{-4}$  /s (figure III.37). Les limites d'élasticité *apparentes* ( $\epsilon_p = 10^{-5}$ ) sont respectivement de 80 MPa dans la direction axiale des tubes et de 110 MPa dans la direction circonférentielle. De manière analogue aux résultats obtenus à 20 °C (figure III.13), on observe que l'initiation de la plasticité est plus difficile dans la direction circonférentielle. Cependant, l'anisotropie est moins marquée, la contrainte d'écoulement devenant plus élevée dans le sens axial dès 1,2 % de déformation plastique (au lieu de 2 % à température ambiante). Les modules d'écrouissage déterminés à partir de ces essais sont reportés sur la figure III.38 en fonction de la contrainte d'écoulement dans un graphe semi-logarithmique. Cette figure met en évidence la présence de deux stades (I et III) pour les deux directions étudiées. Dans le sens axial, la fin du stade I coïncide toujours avec l'apparition du crochet de traction. Dans la direction circonférentielle, le module d'écrouissage dans le stade I est plus élevé que dans la direction axiale et le passage au stade III se fait pour une déformation plastique plus élevée ( $\epsilon_p \approx 0,4$  %). Le stade 0 observé à 20 °C (figure III.14), que nous avons attribué au paragraphe précédent à une très forte évolution de l'écrouissage en début d'écoulement, et le stade II ne sont plus présents à 350 °C dans la direction circonférentielle. On peut donc s'attendre à des mécanismes de déformation différents entre les deux températures.





**Figure III.35 :** Sensibilité à la vitesse de déformation dans la direction axiale des tubes à 350 °C, d'après Robinet (1995).



**Figure III.36 :** Sensibilité à la vitesse de déformation dans la direction circonférentielle des tubes à 350 °C.

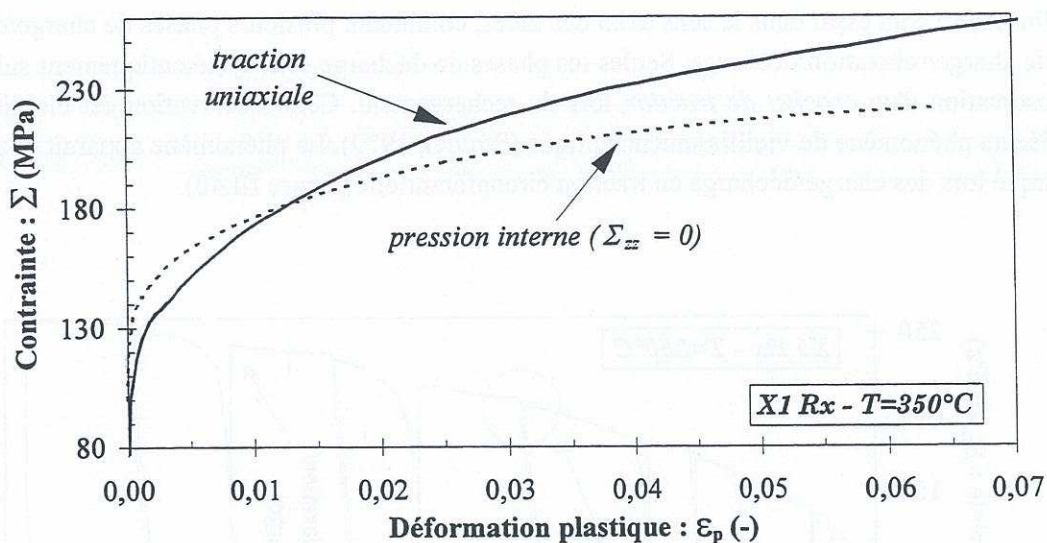


Figure III.37 : Essais de traction à  $2.10^{-4}$  /s : comparaison des résultats en traction dans la direction axiale et en traction circonférentielle (pression interne avec reprise de l'effet de fond).

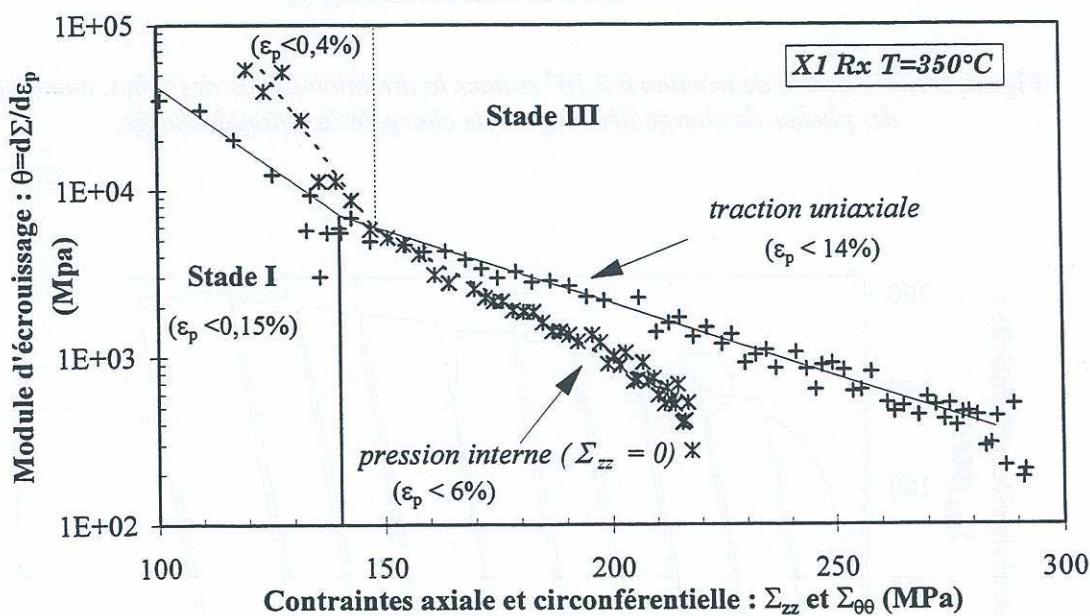


Figure III.38 : Module d'écrouissage dans les directions axiale et circonférentielle (écrouissage à  $2.10^{-4}$  /s).



Pour déterminer les **contraintes interne et effective**, des essais de charge/décharge et de relaxation multiple ont été effectués. La figure III.39 présente le résultat en contrainte et déformation d'un essai dans le sens axial des tubes, combinant plusieurs phases de charge/décharge et de charge/relaxation/décharge. Seules les phases de décharge sont systématiquement suivies par l'observation d'un *crochet de traction* lors du rechargement. Cette observation est classiquement reliée au phénomène de vieillissement statique (Strudel, 1979). Le phénomène apparaît encore plus marqué lors des charge/décharge en traction circonférentielle (figure III.40).

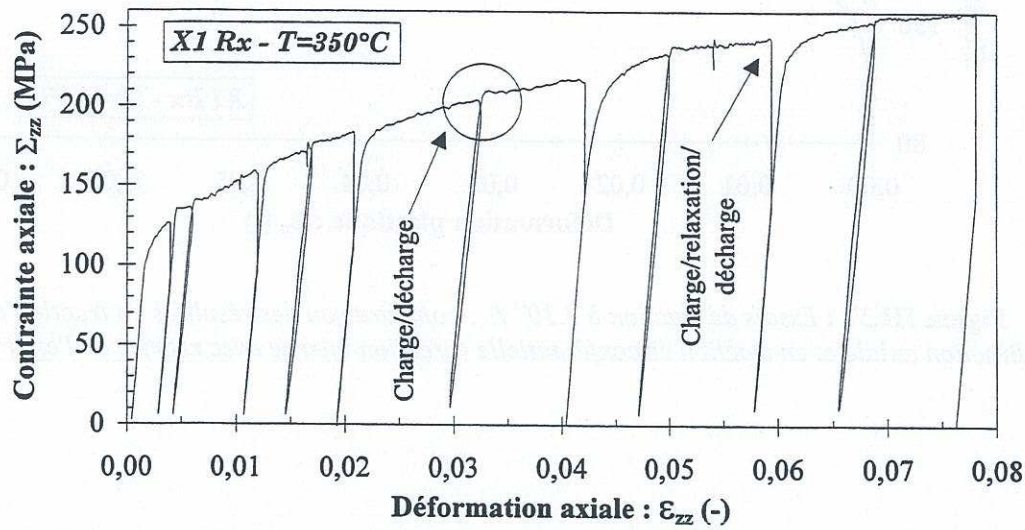


Figure III.39 : Essais de traction à  $2.10^{-4}$  /s dans la direction axiale des tubes, combinant des phases de charge/décharge et de charge/relaxation/décharge.

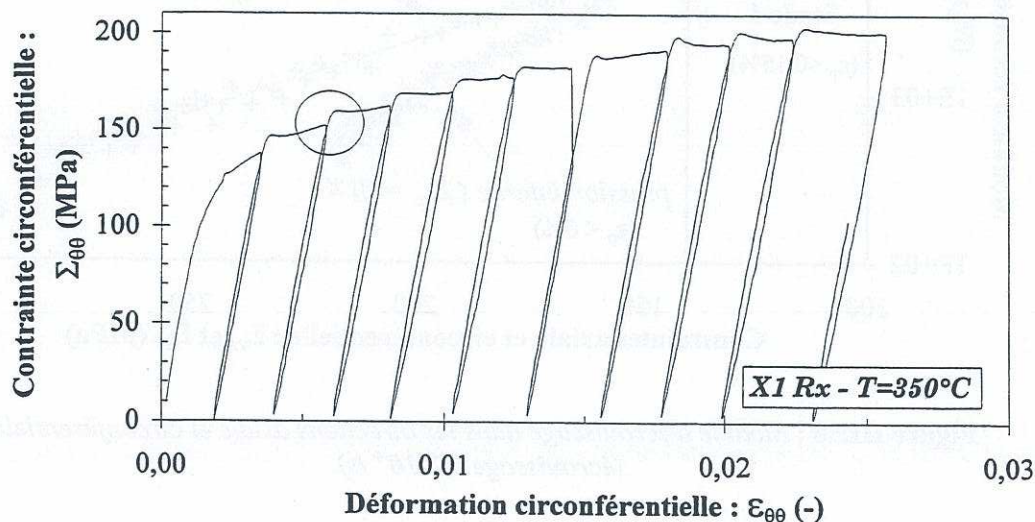


Figure III.40 : Essais de traction à  $2.10^{-4}$  /s dans la direction circonférentielle des tubes : effet des phases de charge/décharge.



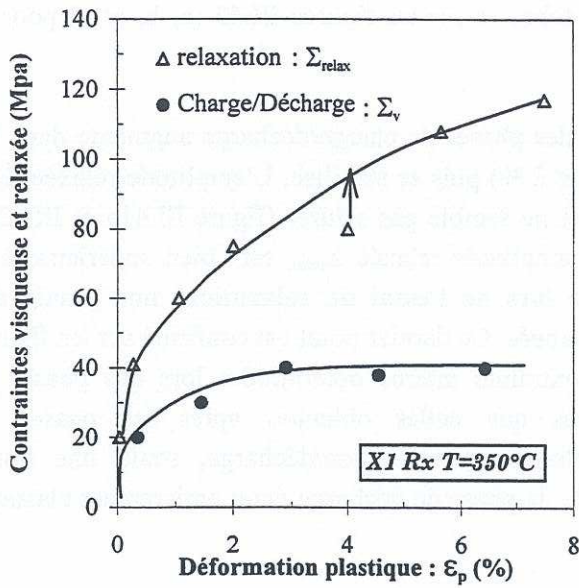
Les dépouillements de ces essais selon la méthode de Dickson sont présentés sur les figures III.41 (a, b, et c) pour la direction axiale des tubes et sur les figures III.42 (a, b, et c) pour la direction circonférentielle.

La contrainte visqueuse  $\Sigma_v$  déterminée lors des phases de charge/décharge augmente dans les premiers stades de la déformation plastique ( $\varepsilon_p \leq 2\%$ ) puis se stabilise. L'amplitude relaxée  $\Sigma_{relax}$  augmente de façon beaucoup plus importante et ne semble pas saturer (figure III.41a et III.42a). Quelle que soit la direction de chargement, l'amplitude relaxée  $\Sigma_{relax}$  est bien supérieure à la contrainte visqueuse  $\Sigma_v$ , ce qui démontre que **lors de l'essai de relaxation, une partie des contraintes internes  $X_i$  est probablement restaurée**. Ce dernier point est confirmé sur les figures III.41b et III.42b. En effet, les valeurs de contrainte interne déterminées lors des phases de charge/décharge sont nettement plus élevées que celles obtenues après les phases de relaxation/décharge. Notons que lors des phases de relaxation/décharge, seule une borne supérieure de la contrainte interne est accessible, la phase de décharge étant entièrement élastique (cf. figure III.39).

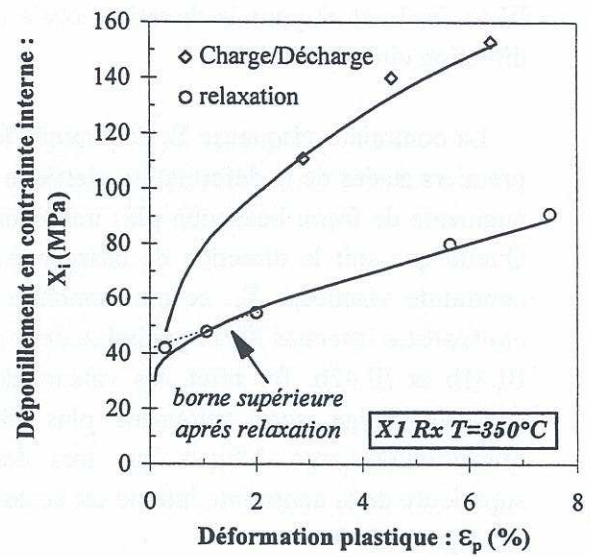
L'évolution de la contrainte effective  $\Sigma_{eff}$  et de sa composante athermique  $\Sigma_\mu$  est reportée sur les figures III.41c et III.42c. Etant donnée l'évolution de la contrainte interne lors des phases de relaxation, la contrainte effective ne peut être obtenue qu'en charge/décharge. En considérant la limite d'élasticité apparente pour déterminer la contrainte effective initiale, on observe (comme à 20 °C) une chute de sa valeur en début d'écoulement plastique puis un léger durcissement ( $\varepsilon_p \geq 1\%$ ). La composante athermique  $\Sigma_\mu$  de la contrainte effective n'est pas influencée par les phases de relaxation : on obtient une courbe continue pour l'ensemble des points. Cela signifie que l'évolution de la microstructure lors des phases de relaxation n'a pas d'effet sur les obstacles locaux athermiques. Notons que les flèches sur la figure III.41c représentent l'incertitude dans la détermination de  $\Sigma_\mu$  liée à la décharge entièrement élastique après relaxation.

Pour comparer les résultats obtenus dans les deux directions d'écoulement, nous avons superposé sur les figures III.43 : (a) les amplitudes de contraintes relaxées lors des phases de charge/relaxation/décharge ( $\Sigma_{relax}$ ) - (b) les contraintes internes obtenues en charge/décharge ( $X_i$ ). Les amplitudes relaxées sont plus élevées en traction circonférentielle, mais ont tendance à se rapprocher des valeurs obtenues dans le sens axial après 4 % de déformation plastique. Les contraintes internes sont plus élevées en traction circonférentielle qu'en traction uniaxiale dans les premiers stades de la déformation ( $\varepsilon_p \leq 3\%$ ), puis l'effet s'inverse pour des niveaux de déformation plastique plus importants. Au début de l'écoulement plastique, certains grains n'étant pas favorablement orientés vis-à-vis du glissement prismatique dans la direction circonférentielle, les contraintes internes sont plus élevées dans cette direction. L'activation de glissements secondaires (voire du maclage) et/ou la rotation des grains peuvent expliquer la quasi saturation de la contrainte interne  $X_i$  au-delà de 2 % de déformation lors de l'essai de traction circonférentielle.

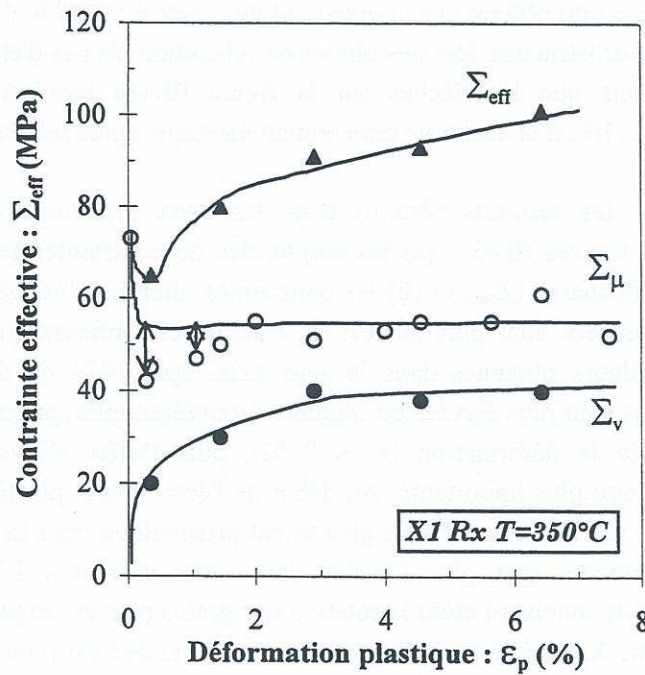




(a) Contraintes visqueuses (phases de charge/décharge) et contraintes relaxées (phases de charge/relaxation/décharge)

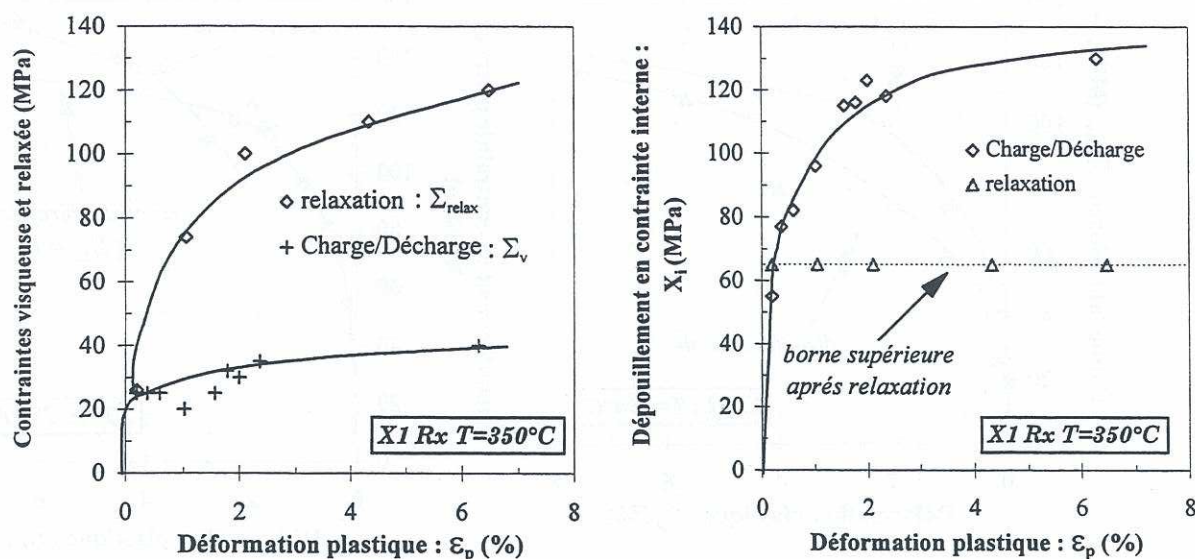


(b) Contraintes internes



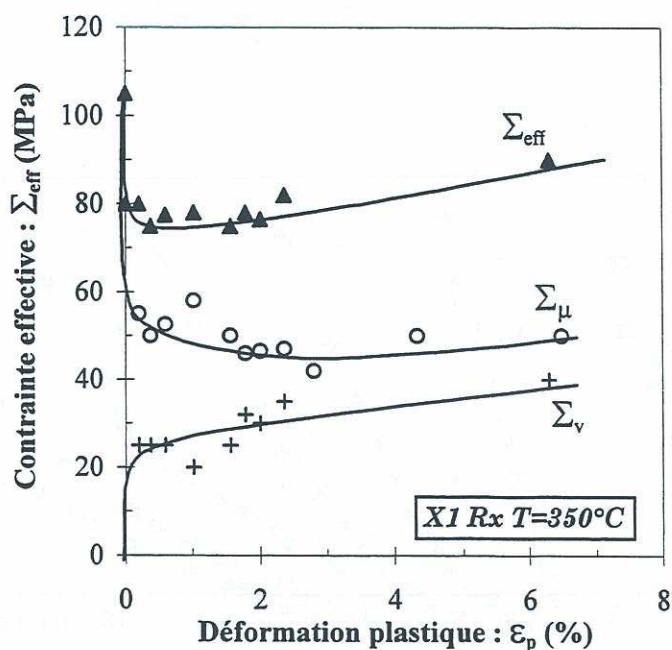
(c) Composantes thermiquement activée et athermique de la contrainte effective.

Figure III.41 : Contraintes interne et effective en fonction de la déformation plastique ; traction dans la direction axiale à 350 °C.



(a) Contraintes visqueuses (phases de charge/décharge) et contraintes relaxées (phases de charge/relaxation/décharge)

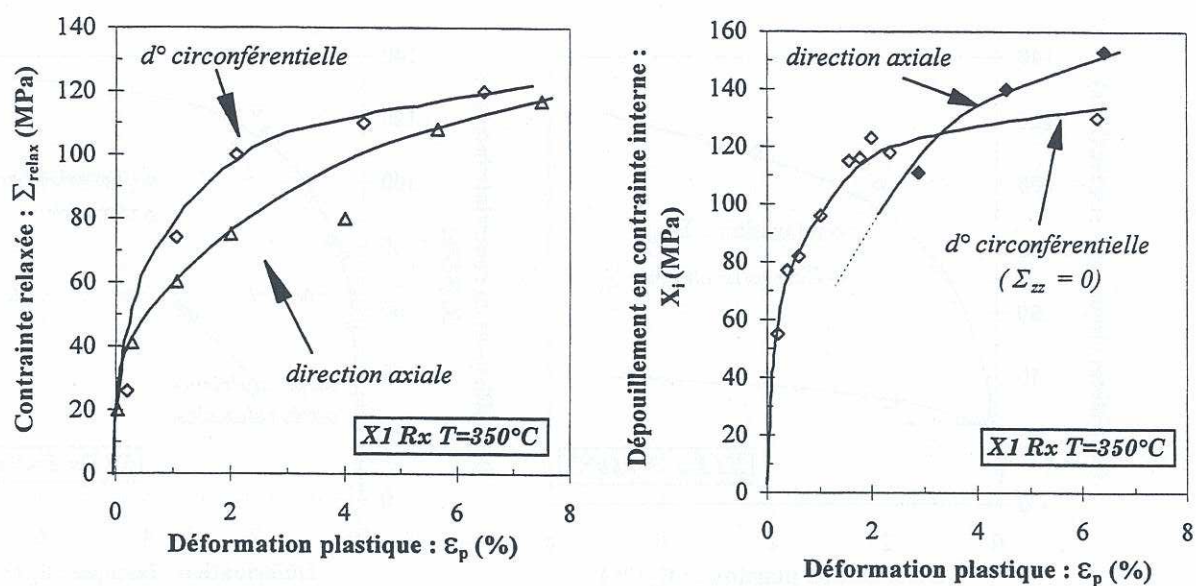
(b) Contraintes internes



(c) Composantes thermiquement activée et athermique de la contrainte effective.

Figure III.42 : Contraintes interne et effective en fonction de la déformation plastique ; traction dans la direction circonférentielle à  $350^{\circ}\text{C}$ .





(a) Contraintes relaxées lors des phases de charge/relaxation/décharge

(b) Contraintes internes déterminées à l'aide des phases de charge/décharge

Figure III.43 : Comparaison des résultats des dépouillements de Dickson dans les deux directions d'écoulement étudiées.

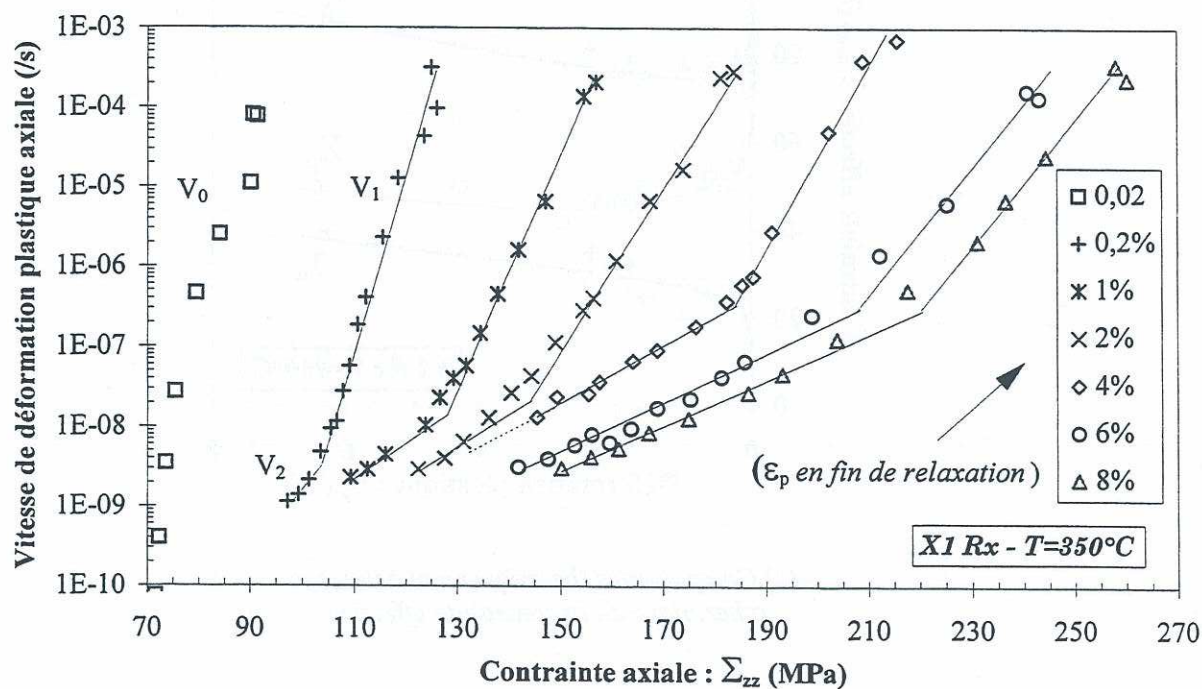


Figure III.44 : Détermination du volume d'activation pour les essais de relaxation à 350 °C dans la direction axiale des tubes ; produit X1 (phases d'écroutissage à  $2.10^{-4}$  /s).



Les **volumes d'activation** déterminés à partir des essais d'écrouissage conduisent à des valeurs élevées comprises entre 100 et 200  $b^3$ , dans les deux directions de chargement étudiées. Ces valeurs traduisent la faible sensibilité à la vitesse obtenue lors des essais d'écrouissage à 350 °C. Ces valeurs sont cependant à prendre avec précaution : une incertitude de 10 MPa sur la contrainte d'écoulement se traduit par un facteur 2 sur la valeur du volume d'activation.

Pour déterminer les volumes d'activation lors des phases de **relaxation dans le sens axial** des tubes, nous avons reporté sur la figure III.44 l'évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte axiale. Pour la première phase de relaxation ( $\varepsilon_p = 0,02\%$ ) on obtient un volume d'activation  $V_0$  de l'ordre de 200  $b^3$  que l'on peut attribuer au désancrage des dislocations près des joints de grains. Hormis cette première phase, on peut distinguer deux régimes I et II lors des phases de relaxation. En effet, deux pentes sont observées ce qui détermine deux volumes d'activation  $V_1$  et  $V_2$ . Deux mécanismes de déformation se succèdent donc lors des phases de relaxation. Les évolutions de  $V_1$  et  $V_2$  en fonction de la déformation plastique sont données sur la figure III.45a. A partir de 0,5 % de déformation plastique,  $V_2$  est inférieur à 30  $b^3$ ; il se stabilise à 16  $b^3$  au-delà de 6 %. Dans le même temps,  $V_1$  évolue de 100 à 50  $b^3$ . Comme à 20 °C, ces évolutions peuvent être attribuées à l'évolution de la densité de dislocations mobiles dans les premiers stades de la déformation plastique ( $\varepsilon_p \leq 2\%$ ). Les amplitudes de contraintes relaxées ( $\Sigma_{relax\_1}$  et  $\Sigma_{relax\_2}$ ) dans ces deux domaines I ( $V_1$ ) et II ( $V_2$ ) sont reportées sur la figure III.45b : on observe une stabilisation rapide de  $\Sigma_{relax\_1}$  ( $\Sigma_{relax\_1} = 35 \pm 5$  MPa), tandis que  $\Sigma_{relax\_2}$  ne cesse d'augmenter avec la déformation plastique. Notons que les valeurs de  $\Sigma_{relax\_1}$  sont du même ordre de grandeur que les valeurs de contraintes visqueuses déterminées lors des phases de charge/décharge :  $\Sigma_v = 35 \pm 5$  MPa (cf. figure III.41a). Le régime I est donc probablement associé à des interactions à courte distance thermiquement activées. De même, les valeurs de  $\Sigma_{relax\_2}$  sont du même ordre de grandeur que l'écart entre les contraintes internes obtenues lors des essais de charge/décharge et celles obtenues lors des essais de charge/relaxation/décharge (cf. figure III.41b). Ce dernier point démontre que le **régime II est associé à la restauration partielle de l'état de contrainte interne**. Le volume  $V_2$  n'est donc qu'*apparent* et devrait être corrigé de l'évolution de l'état de contrainte interne.

Pour les produits U483 et U556, nous disposons respectivement d'un essai de relaxation multiple entre 0,4 et 4 % de déformation et d'un essai de relaxation simple à 1,2 % de déformation totale à la mise en charge (phases d'écrouissage à  $2.10^{-4}$ /s). Pour ces essais, l'évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte axiale est donnée sur la figure III.46. L'allure des courbes est similaire à celles obtenues pour le produit X1 Rx : présence de deux volumes d'activation et évolution de ces derniers avec l'écoulement plastique. Le volume d'activation  $V_2$  obtenu à 1 % pour le produit U556 ( $V_2 = 26 b^3$ ) est identique à celui obtenu pour le produit X1 Rx.

Pour le produit X1 Rx, deux essais de relaxation ont été effectués dans la **direction circonférentielle** : relaxation multiple avec mise en charge à  $2.10^{-4}$ /s (figure III.47) et relaxation simple avec mise en charge à  $2.10^{-6}$ /s (figure III.48). En termes de volume d'activation, les valeurs obtenues dans la direction circonférentielle sont inférieures à celles obtenues dans la direction axiale en début d'écoulement plastique, l'écart diminuant avec la déformation (figures III.49a et b). Cette observation est similaire à celle obtenue à 20 °C et peut être interprétée par l'activation plus abondante de glissements secondaires (sensibilité à la vitesse plus grande donc volume d'activation plus faible) dans la direction circonférentielle. Ce point sera rediscuté au chapitre V.



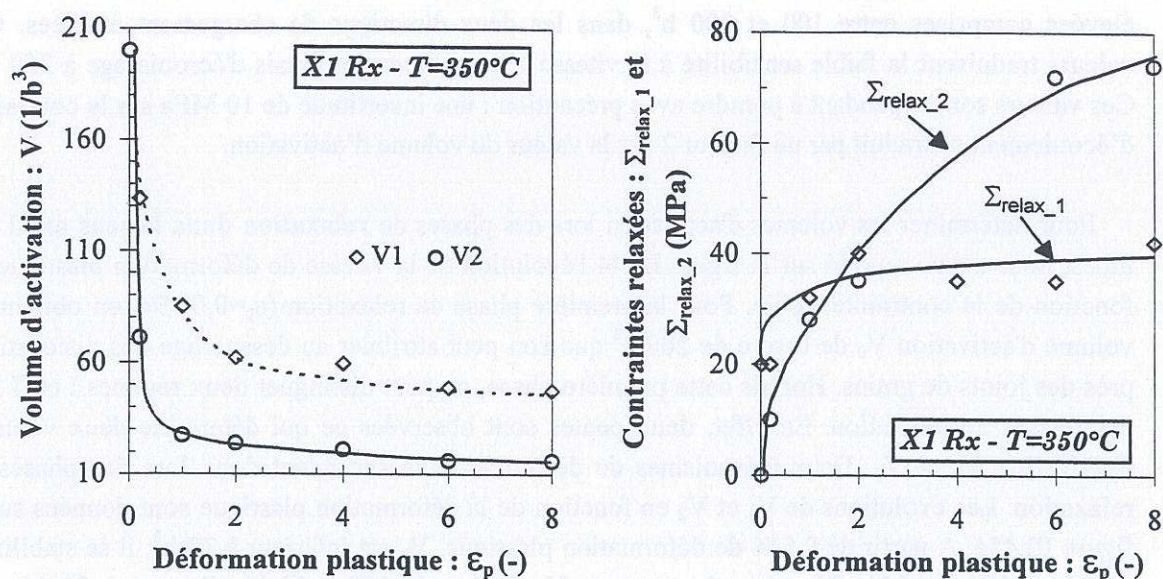
(a) Volumes d'activation  $V_1$  et  $V_2$ (b) Amplitudes relaxées  $\Sigma_{relax\_1}$  et  $\Sigma_{relax\_2}$ 

Figure III.45 : Décomposition des phases de relaxation en deux domaines associés à  $V_1$  et  $V_2$  ; relaxation dans la direction axiale des tubes.

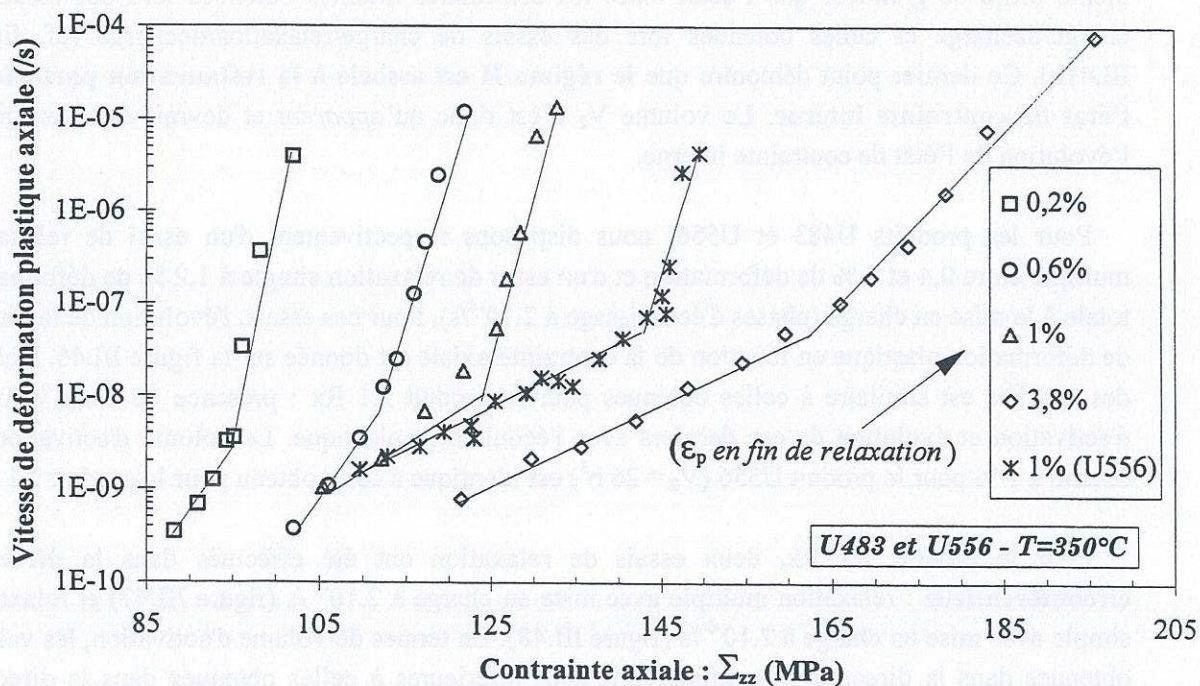
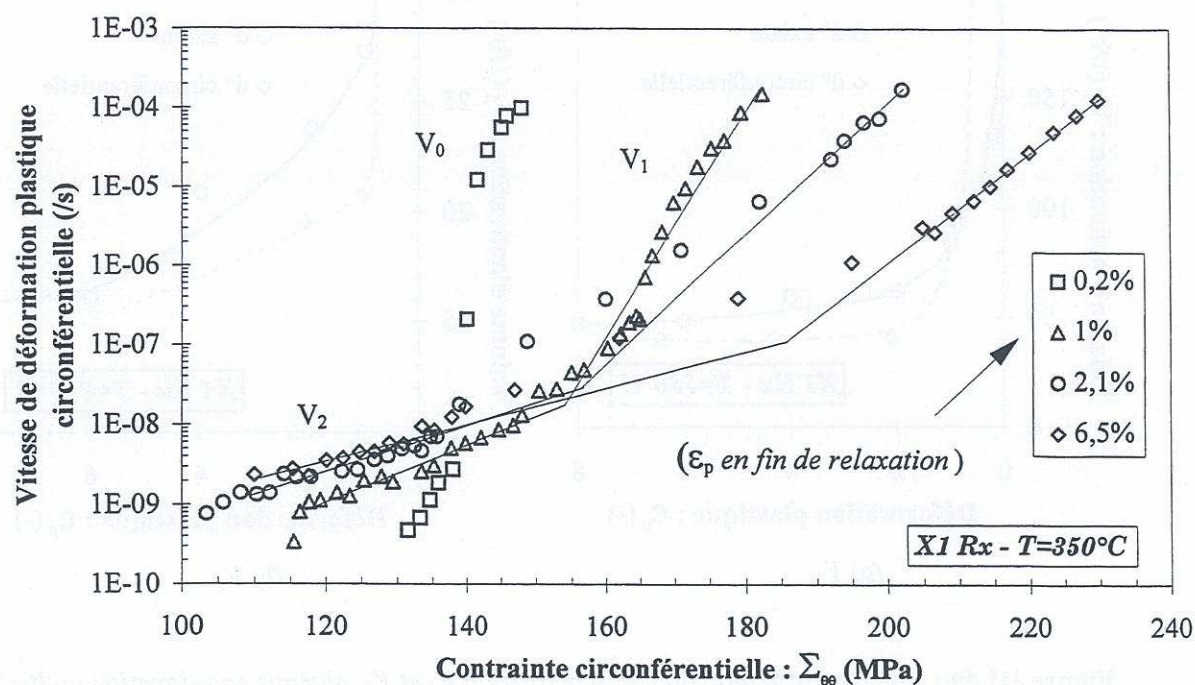
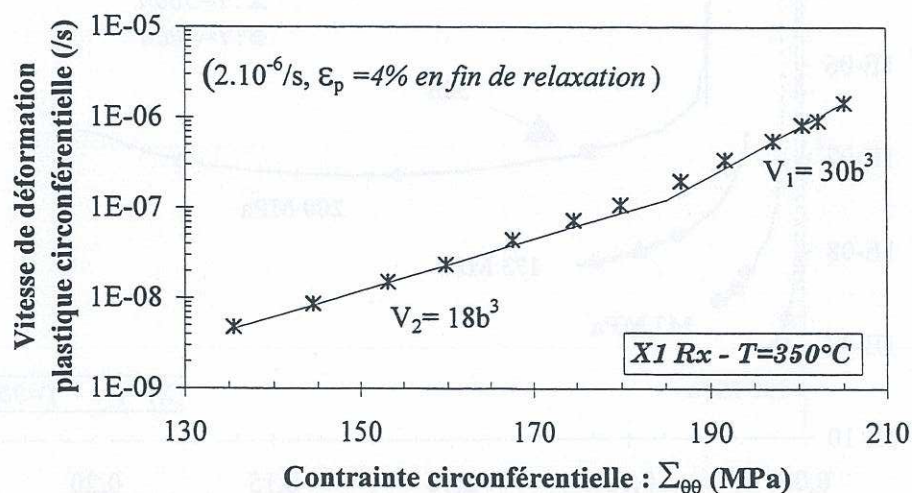


Figure III.46 : Détermination du volume d'activation pour les essais de relaxation à 350 °C dans la direction axiale des tubes ; produits U483 et U556 (phases d'écroutissage à  $6,6 \cdot 10^{-4}$  /s).





**Figure III.47 :** Détermination du volume d'activation pour les essais de relaxation à 350 °C dans la direction circconférentielle des tubes ; produit X1 Rx (phases d'écroutissage à  $2 \cdot 10^{-4}$  /s).



**Figure III.48 :** Détermination du volume d'activation en relaxation à 350 °C dans la direction circconférentielle des tubes ; produit X1 Rx (phases d'écroutissage à  $2 \cdot 10^{-6}$  /s).



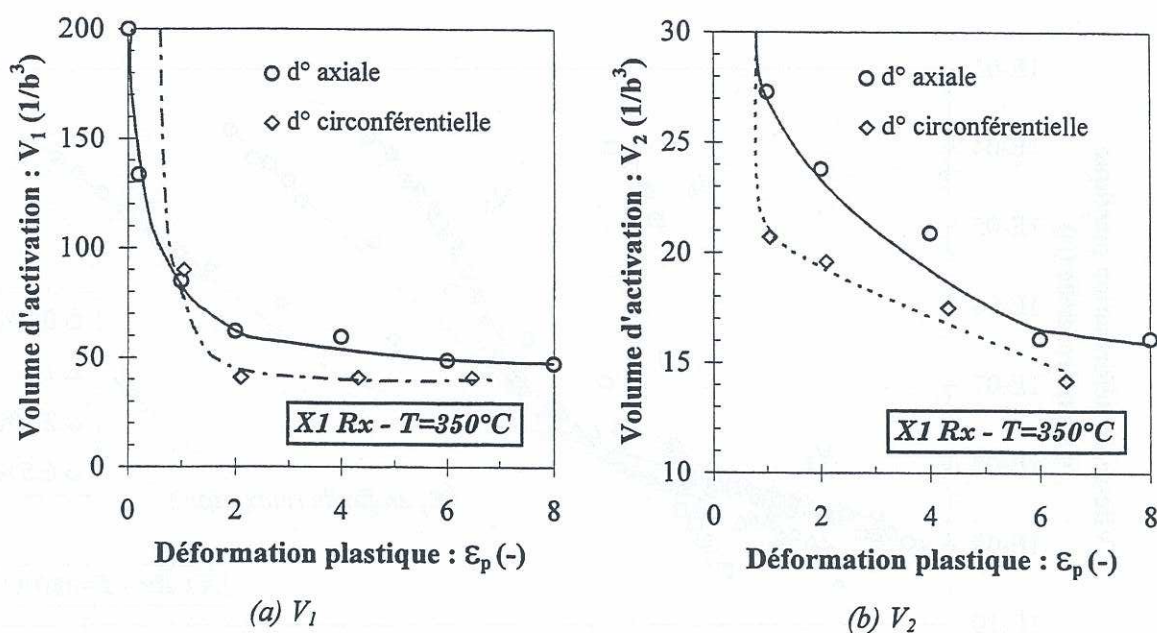


Figure III.49 : Comparaison des volumes d'activation  $V_1$  et  $V_2$  obtenus en relaxation multiple dans les directions axiale et circonférentielle des tubes.

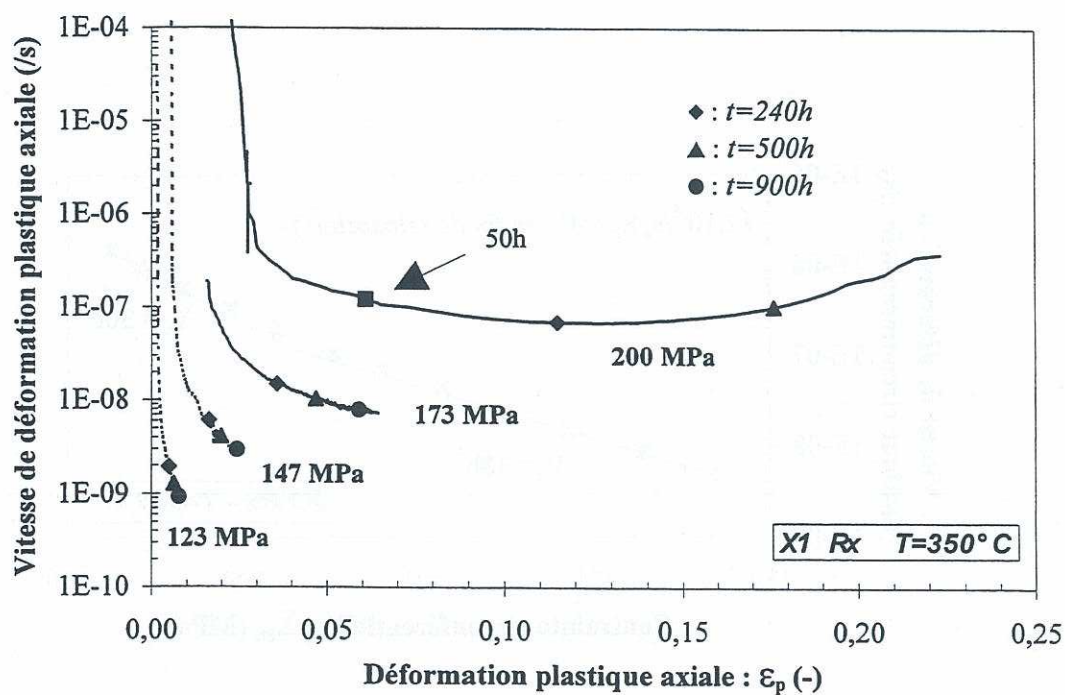


Figure III.50 : Essais de fluage dans la direction axiale pour le produit X1 Rx ; evolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique.

### III.3.1.2 essais de fluage

Des essais de **fluage à force axiale constante** ont été réalisés sur le produit X1 Rx pour des niveaux de contrainte à la mise en charge compris entre 123 et 200 MPa. Les résultats obtenus sont exprimés sur la figure III.50 en termes d'évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la déformation plastique cumulée. Les points correspondant aux durées d'essais de 240, 500 et 900 heures ont été repérés sur la figure. Contrairement aux essais de fluage réalisés à 20 °C, l'évolution de la vitesse de déformation plastique (dans un graphe semi-logarithmique), n'est plus linéaire en fonction du niveau de déformation plastique. Ce signe peut être relié au phénomène de restauration de la contrainte évoqué au paragraphe précédent lors des essais de relaxation. Seule l'essai à 200 MPa de mise en charge initial présente un stade II bien marqué, fait habituellement relié aux phénomènes de restauration. Notons cependant que le stade II intervient pour une déformation supérieure à 10 % (niveau de contrainte supérieure à 220 MPa).

Nous avons tracé sur la figure III.51 la vitesse de fluage relevée à 240, 500 et 900 h en fonction du niveau de contrainte (rationnelle) appliquée, dans un diagramme log/log. Pour les trois premiers niveaux de contrainte, on peut tracer une droite de pente  $n$  ( $n = 5,5$ ), quelle que soit la durée d'essai considérée. Lorsque l'on cherche à décrire le fluage par une loi du type loi de Norton, le coefficient  $n$  donnant la pente de la courbe est le coefficient de sensibilité à la contrainte. Pour le troisième niveau de contrainte, nous avons indiqué uniquement la vitesse à 240 h (vitesse minimale en stade II) : ce point s'écarte de la droite précédemment décrite.

Ces résultats ne permettent pas d'entrevoir l'existence d'une contrainte critique de fluage, contrainte mise en évidence à 200 °C sur du Zr- $\alpha$  par Pujol (1994) et à 500 °C sur du Ti- $\alpha/\beta$  par Bourgeois (1997).

Nous disposons également des résultats d'un essai de fluage incrémental entre 125 et 170 MPa pour le produit U483 (Robinet 1995) et de trois essais à 100, 140 et 180 MPa pour le produit U556. Pour ces essais, l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique est présentée sur la figure III.52. Le comportement paraît analogue à celui du produit X1 Rx. Pour le produit U556, la contrainte de 100 MPa présente rapidement une vitesse de fluage quasi nulle, résultat analogue à celui obtenu pour les faibles contraintes à 20 °C. Ce résultat peut être attribué à la présence d'un nombre limité de grains plastifiés ; de plus, on peut supposer que les phénomènes de restauration ne sont pas encore activés pour ce niveau de déformation. Les examens en MET (cf. chapitre IV) nous permettront de conclure sur ce dernier point.



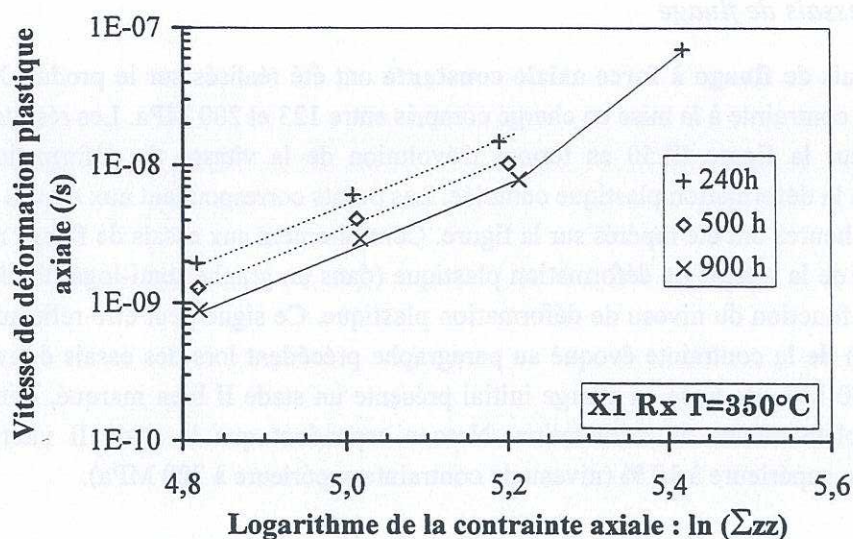


Figure III.51 : Vitesse de fluage à 240, 500 et 900 heures en fonction du niveau de contrainte appliquée ; produit X1 Rx à 350 °C dans la direction axiale.

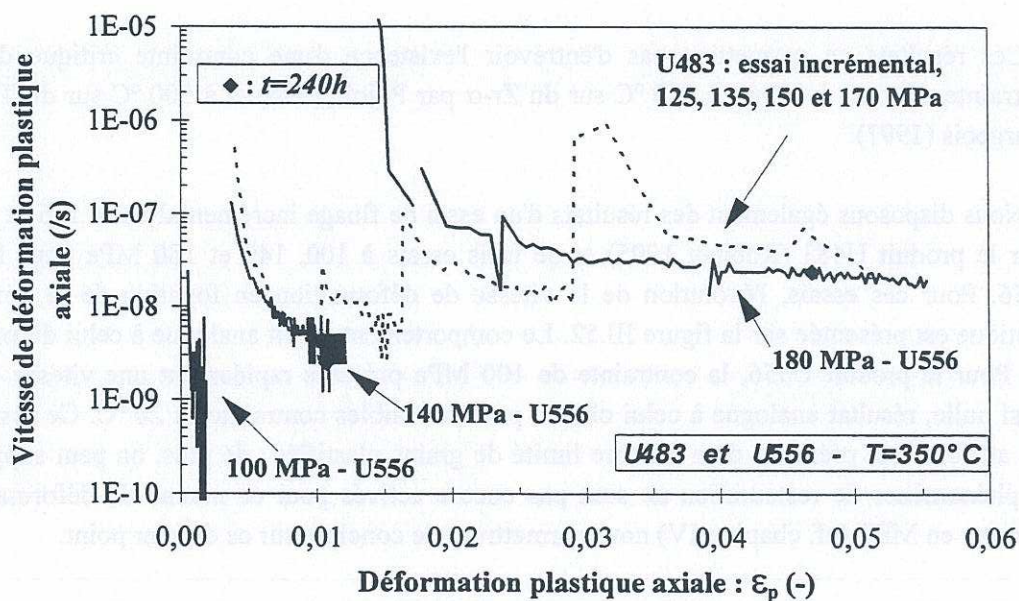


Figure III.52 : Essais de fluage dans la direction axiale pour les produits U483 et U556 ; évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique.



### III.3.2 Comportement sous chargement multiaxial à 350 °C

#### III.3.2.1 Comportement élastique du produit X1 Rx

De façon analogue à la démarche employée à température ambiante, la double extensométrie utilisée lors des essais combinant traction uniaxiale et pression interne nous permet de déterminer les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson. Les résultats obtenus en fonction du rapport de biaxialité sont reportés sur la figure III.53 : on obtient une valeur moyenne de  $80 \pm 5$  GPa pour le module d'Young et de  $0,41 \pm 0,03$  pour le coefficient de Poisson. La précision des mesures ne nous permet pas de déceler d'anisotropie élastique pour le comportement macroscopique.

#### III.3.2.2 Ecrouissage et relaxation sous chargement de traction et pression interne

Les essais d'**écrouissage** combinant traction uniaxiale et pression interne ont été effectués sur le produit X1 Rx pour des rapports de biaxialité  $\alpha$  ( $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$ ) compris entre 0 et 1 pour une vitesse de déformation circonférentielle de  $2.10^{-4}$ /s. Les résultats en termes de contrainte équivalente (au sens de Von Mises) en fonction de la déformation équivalente sont donnés sur la figure III.54. De même qu'à température ambiante, la déformation plastique apparaît plus difficile sous chargement multiaxial ( $\alpha > 0$ ) qu'en traction uniaxiale, la contrainte (équivalente) d'écoulement étant maximale pour  $\alpha = 1$ . Quelle que soit la valeur de  $\alpha$ , aucun palier d'écoulement n'est observé. Des problèmes de flambement sont apparus lors des essais sous pression interne avec reprise de l'effet de fond ( $\alpha = 0$ ), mais de manière *moins prononcée* qu'à 20 °C (flexion des éprouvettes flambées moins importante).

Sur la figure III.55, les évolutions de la déformation plastique axiale en fonction de la déformation plastique circonférentielle permettent de déterminer les directions d'écoulement plastique. Les écarts avec les contrôles dimensionnels post-essais pour les rapports de biaxialité  $\alpha$  égaux à 0 et 0,47 sont dus à des glissements de l'extensomètre axial. Pour  $\alpha = 0,47$ , le glissement de l'extensomètre est provoqué par la réalisation de séquences de charge/décharge lors de cet essai et est mis en évidence sur la figure III.55 par la présence de *marches*. Pour  $\alpha \geq 0,5$ , on observe une rotation de la direction plastique d'écoulement, mais nettement moins marquée qu'à température ambiante. Le rapport des vitesses de déformation plastique axiale et circonférentielle ( $\dot{\epsilon}_{zz}^p / \dot{\epsilon}_{\theta\theta}^p$ ), est donné dans le tableau III.5 pour les niveaux de déformation plastique équivalente de 0,02 % et 1 %, sauf pour l'essai de traction uniaxiale où, faute de double extensométrie, la valeur indiquée est celle du contrôle dimensionnel après 7 % de déformation. Les écarts avec les valeurs théoriques d'un matériau isotrope (cf. § III.2.3.3) apparaissent moins prononcés qu'à température ambiante.



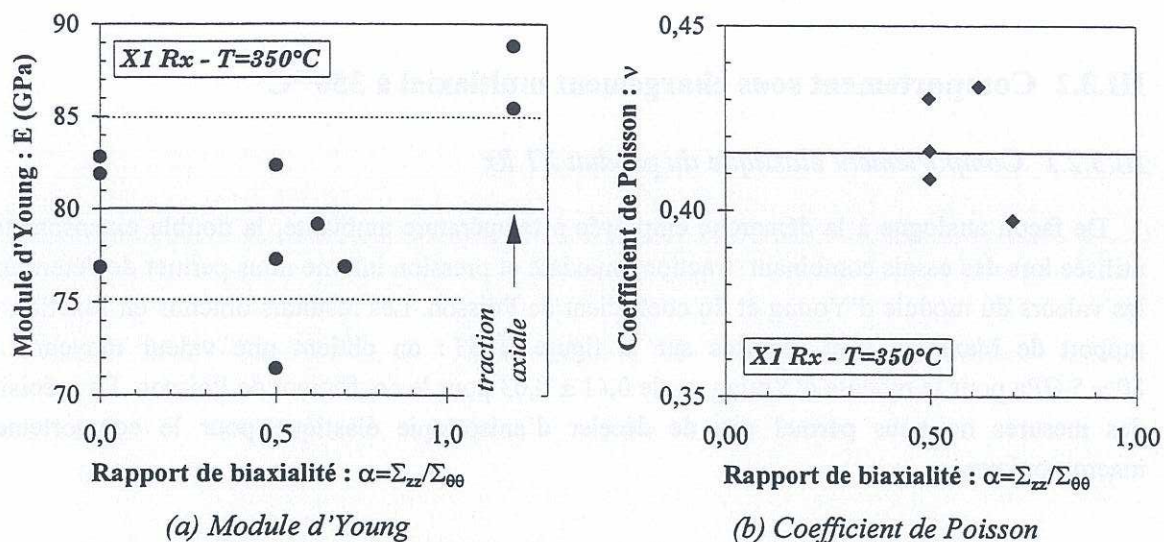


Figure III.53 : Détermination des coefficients d'élasticité isotrope lors des essais de traction - pression interne.

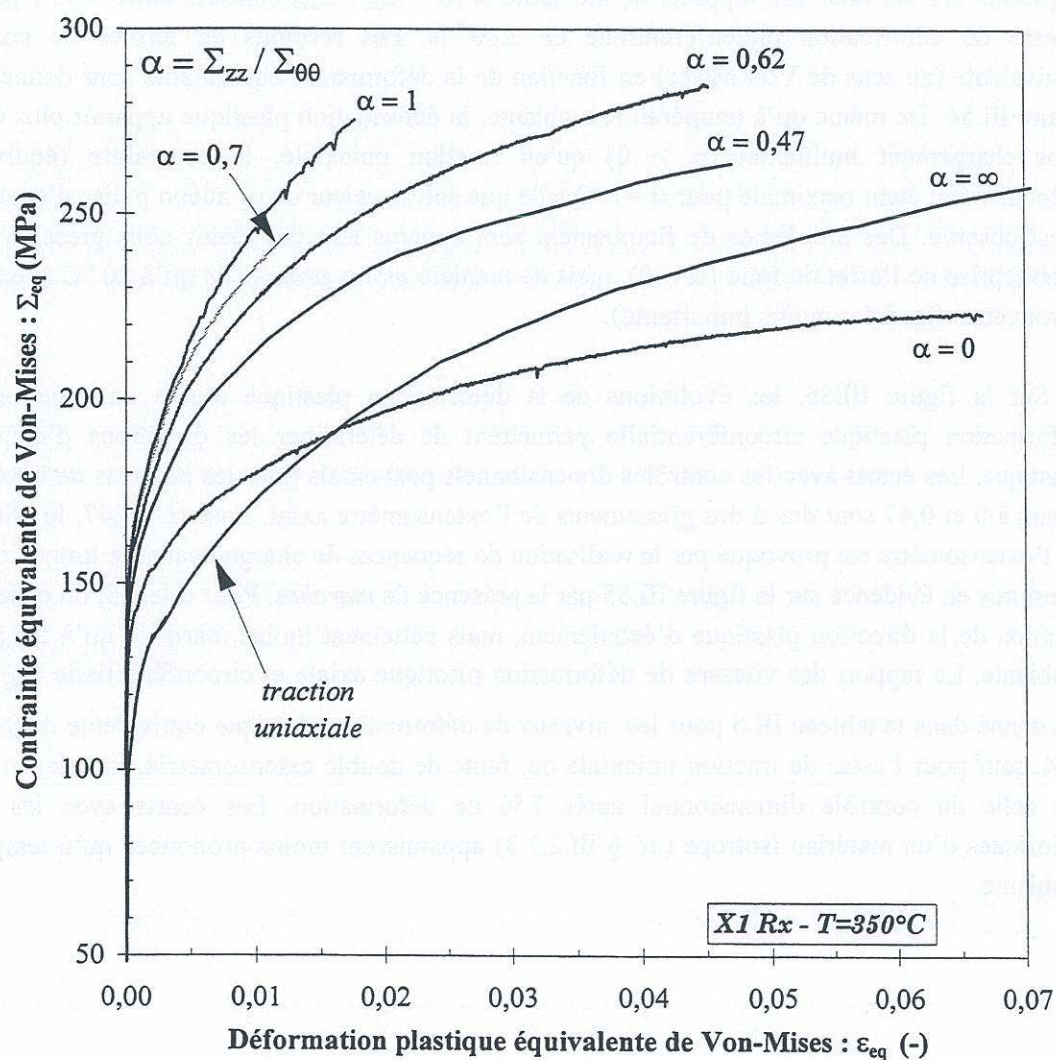
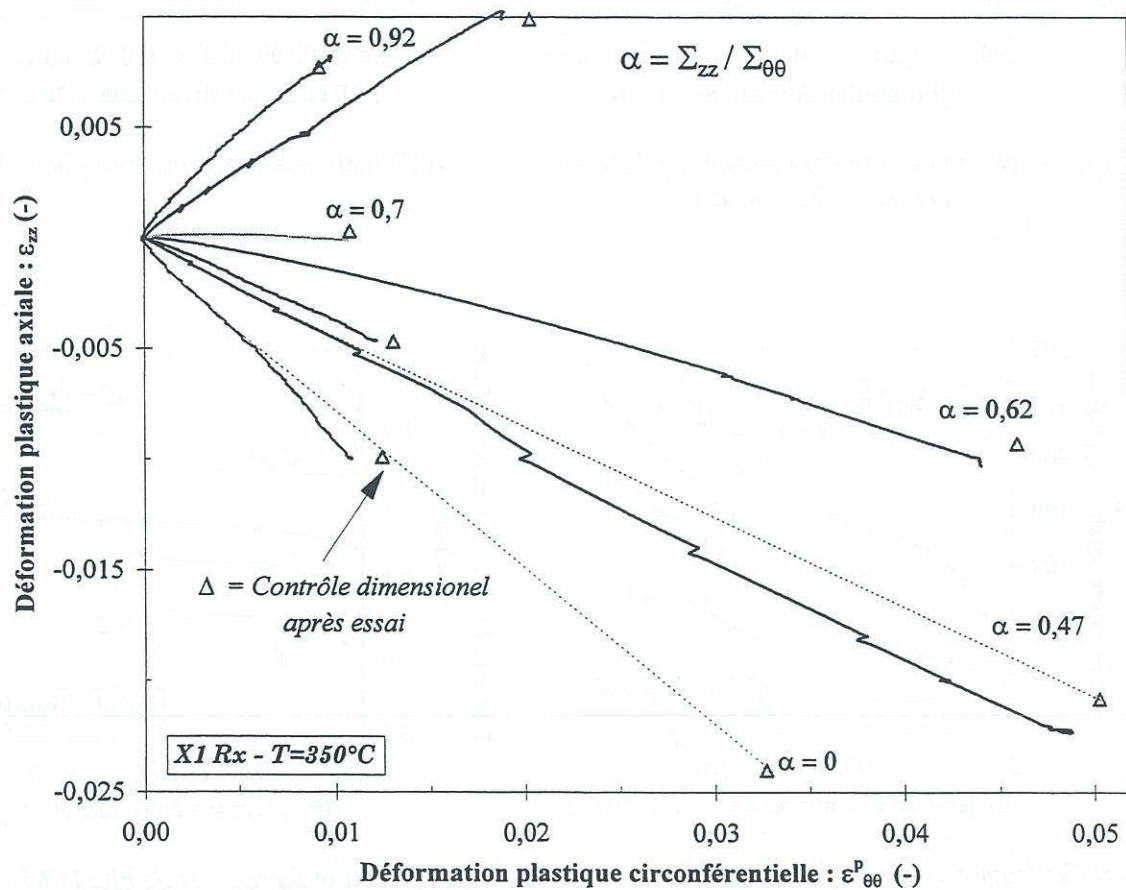


Figure III.54 : Courbes contrainte équivalente en fonction de la déformation plastique équivalente (au sens de Von-Mises) pour les essais de traction axiale - pression interne à 350 °C.

$\dot{\varepsilon}_z^p / \dot{\varepsilon}_{\theta\theta}^p$	Rapport de biaxialité : $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$					
	0	0,47	0,62	0,7	0,92	$\infty$
$\varepsilon_p = 0,02 \%$	-0,9	-0,35	0	0,2	1,8	-
$\varepsilon_p = 2 \%$	-0,9	-0,4	-0,2	-0,06	0,8	-1,5*
isotropie	-0,45	0,01	0,21	0,34	0,79	-2

\* : valeur issue du contrôle dimensionnel

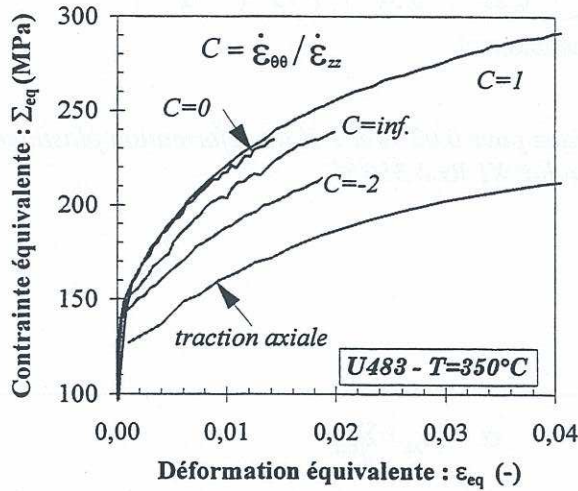
**Tableau III.5 :** Directions d'écoulement plastique pour 0,02 % et 1 % de déformation plastique en écoulement - Produit X1 Rx à 350 °C.



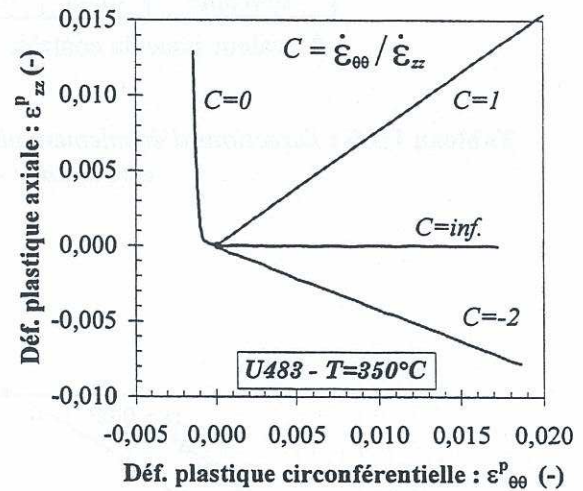
**Figure III.55 :** Directions d'écoulement lors des essais de traction axiale - pression interne à 350 °C.



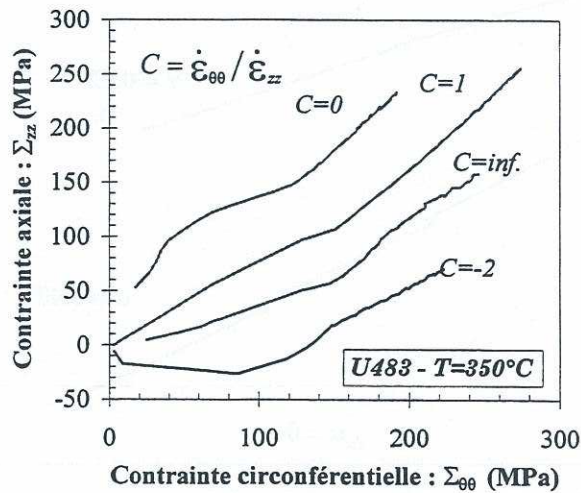
Pour le produit U483 testé par Robinet (1995), les résultats des essais d'écroutissage sont donnés sur les figures III.56 (a à d). De manière analogue au produit X1 Rx, les directions de chargement  $C=0$  et  $C=1$ , qui correspondent à un rapport de biaxialité  $\alpha$  proche de 1 (figure III.56d), sont celles qui présentent les contraintes d'écoulement les plus élevées.



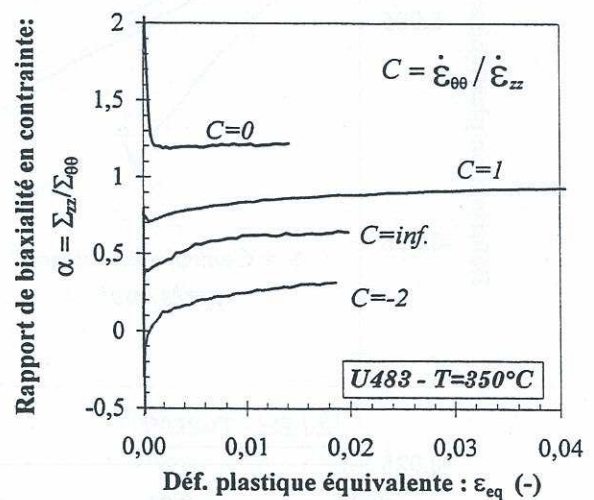
(a) Courbe contrainte/déformation équivalente (au sens de Von Mises)



(b) Direction d'écoulement en plasticité



(c) Contrainte axiale en fonction de la contrainte circonférentielle



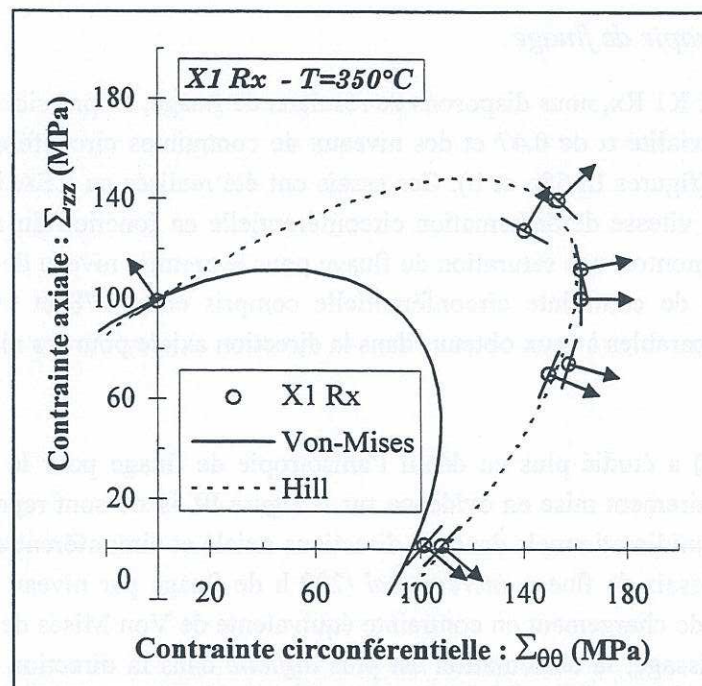
(d) Evolution du rapport de biaxialité  $\alpha$  en fonction de la déformation équivalente

Figure III.56 : Essai de traction axiale - pression interne piloté en rapport de déformation totale ( $C = \dot{\varepsilon}_{\theta\theta} / \dot{\varepsilon}_{zz}$ ) imposée, produit U483 à  $350^\circ C$  [Robinet (1995)].

La surface de plasticité déterminée pour un offset de déformation plastique de  $2.10^{-4}$  est reportée sur la figure III.57, pour le produit X1 Rx. L'anisotropie observée apparaît aussi prononcée qu'à température ambiante. Les paramètres du critère de Hill (cf. § III.2.3.5), ont été identifiés pour approcher au mieux les points expérimentaux ( $F = 0,13$  ;  $G = 0,7$  et  $H = 0,3$ ). Les valeurs obtenues sont proches de celles obtenues à 20 °C ( $F = 0,077$  ;  $G = 0,63$  et  $H = 0,36$ ). La courbe obtenue est en bon accord avec les résultats expérimentaux ; les directions d'écoulement (règle de normalité appliquée au critère de Hill) sont en meilleur accord avec les résultats expérimentaux qu'à 20 °C (cf. tableau III.6).

$\dot{\epsilon}_z^p / \dot{\epsilon}_{\theta\theta}^p$	Rapport de biaxialité : $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$				
	0	0,47	0,62	0,7	0,92
$\epsilon_p = 0,02 \%$	-0,9	-0,35	0	0,2	1 - 1,8
Hill	-0,81	-0,41	-0,15	0,06	1,26

**Tableau III.6 :** Directions d'écoulement plastique pour le produit X1 Rx lors d'essais d'écroutissage à 350 °C, résultats expérimentaux et critère de Hill.



**Figure III.57 :** Surface de charge à 350 °C pour le produit X1 Rx dans l'espace  $(\Sigma_{\theta\theta}, \Sigma_{zz})$



Pour les rapports de biaxialité  $\alpha$  de 0,47 et 1, une phase de relaxation de 24 heures a été effectuée après respectivement 4,9 % et 1,5 % de déformation plastique. Etant donnée la multiaxialité du chargement, il n'est pas envisageable de faire un dépouillement en contrainte interne et effective. Cependant, pour un rapport de biaxialité donné, les contraintes radiale et axiale étant toutes deux proportionnelles à la contrainte circonférentielle  $\Sigma_{\theta\theta}$ , on peut supposer qu'un invariant des contraintes prenant en compte l'anisotropie du matériau serait proportionnel à  $\Sigma_{\theta\theta}$ . Le rapport  $\Delta\Sigma_{\theta\theta}/\Sigma_{\theta\theta}$  ( $\Delta\Sigma_{\theta\theta}$  étant l'amplitude de contrainte relaxée et  $\Sigma_{\theta\theta}$  la contrainte d'écoulement avant relaxation), donne donc une mesure de la fraction de contrainte relaxée, prenant en compte la triaxialité du chargement. Le tableau III.7 permet de comparer les résultats obtenus avec les amplitudes relaxées dans les directions axiale et circonférentielle pour des niveaux de déformation plastique similaires. La fraction de contrainte relaxée paraît supérieure pour les chargements multiaxés.

$\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$	0	0	0,47	1	$\infty$	$\infty$
	( $\varepsilon_p=1,2\%$ )	( $\varepsilon_p=4,2\%$ )	( $\varepsilon_p=4,9\%$ )	( $\varepsilon_p=1,5\%$ )	( $\varepsilon_p=1,2\%$ )	( $\varepsilon_p=5,5\%$ )
$\Delta\Sigma_{\text{relax}} / \Sigma_{\text{max}}$	42 %	50 %	55 %	56 %	41 %	46 %

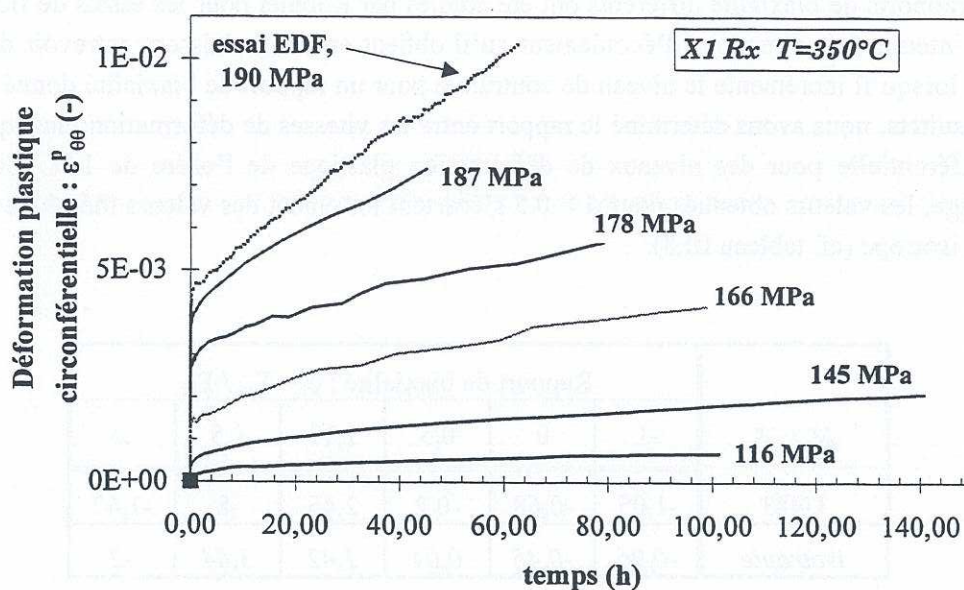
**Tableau III.7 :** Fraction de contrainte relaxée en fonction du rapport de biaxialité et du niveau de déformation plastique ( $\varepsilon_p$ ) ; produit X1 Rx à 350 °C.

### III.3.2.3 Anisotropie de fluage

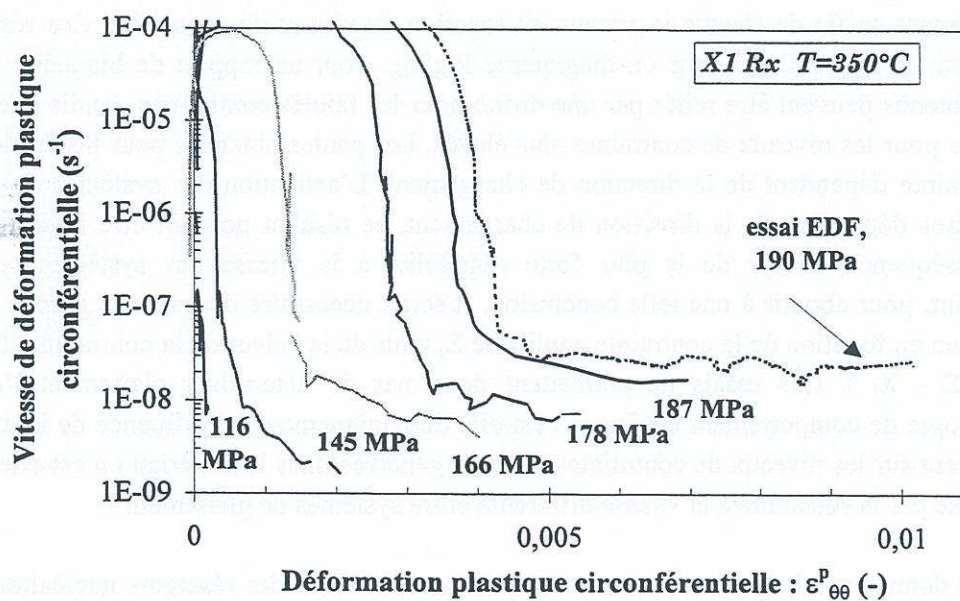
Pour le produit X1 Rx, nous disposons de résultats de fluage, en pression interne à 350 °C pour un rapport de biaxialité  $\alpha$  de 0,47 et des niveaux de contraintes circonférentielles compris entre 116 et 190 MPa (figures III.58a et b). Ces essais ont été réalisés au CEA (Béchade *et al.* 1997). L'évolution de la vitesse de déformation circonférentielle en fonction du niveau de déformation plastique semble montrer une saturation du fluage pour le premier niveau de contrainte (116 MPa). Pour les niveaux de contrainte circonférentielle compris entre 178 et 190 MPa, les résultats obtenus sont comparables à ceux obtenus dans la direction axiale pour les niveaux de contrainte de 123 et 147 MPa.

Robinet (1995) a étudié plus en détail l'anisotropie de fluage pour le matériau U483. Cette anisotropie est clairement mise en évidence sur la figure III.59 où sont reportés ses résultats pour des chargements unidirectionnels dans les directions axiale et circonférentielle ainsi qu'en torsion pure. Il s'agit d'essais de fluage *incrémental* (200 h de fluage par niveau de contrainte étudiée) pour des niveaux de chargement en contrainte équivalente de Von Mises de 125, 135 et 150 MPa. Comme en écrouissage, la déformation est plus *difficile* dans la direction circonférentielle ; elle apparaît plus *facile* en torsion pure.





(a) Déformation plastique circonférentielle en fonction du temps



(b) Vitesse de déformation circonférentielle en fonction de la déformation plastique

**Figure III.58 :** Essais de fluage pour  $\alpha = 0,47$  (produit X1 Rx à 350 °C) : résultats CEA (Béchade 1997) pour  $\Sigma_{\theta\theta}$  entre 116 et 187 MPa et EDF pour 190 MPa.



Cinq rapports de biaxialité différents ont été étudiés par Robinet pour les essais de fluage sous pression interne. Les directions d'écoulement qu'il obtient en fluage laissent entrevoir de légères rotations lorsqu'il incrémente le niveau de contrainte pour un rapport de biaxialité donné. A partir de ces résultats, nous avons déterminé le rapport entre les vitesses de déformation plastique axiale et circonférentielle pour des niveaux de déformation plastique de l'ordre de 1 %. Comme en écrouissage, les valeurs obtenues pour  $\alpha > 0,5$  s'écartent fortement des valeurs théoriques pour un matériau isotrope (cf. tableau III.8).

$\dot{\epsilon}_{zz}^p / \dot{\epsilon}_{\theta\theta}^p$	Rapport de biaxialité : $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$					
	-1	0	0,5	1,13	1,5	$\infty$
U483	-1,05	-0,68	-0,2	2,45	-8	-1,47
isotropie	-0,96	-0,45	0,04	1,42	3,64	-2

**Tableau III.8 :** Direction d'écoulement pour 1 % de déformation plastique en fluage - Produit U483 à 350 °C.

Pour comparer l'ensemble des résultats obtenus en fluage, Robinet a déterminé la vitesse d'écoulement en fin de chaque incrément en fonction du niveau de contrainte. Ces résultats sont donnés sur la figure III.60 dans un diagramme log/log. Pour un rapport de biaxialité donné, les points obtenus peuvent être reliés par une droite pour les faibles contraintes, tandis que la courbe s'incurve pour les niveaux de contrainte plus élevés. Les pentes obtenues pour les faibles niveaux de contrainte dépendent de la direction de chargement. L'activation des systèmes de glissement secondaires dépendant de la direction de chargement, ce résultat pourrait être interprété comme une conséquence directe de la plus forte sensibilité à la vitesse des systèmes secondaires. Cependant, pour aboutir à une telle conclusion, il serait nécessaire de tracer le graphe précédent, non pas en fonction de la contrainte appliquée  $\Sigma$ , mais de la valeur de la contrainte effective  $\Sigma_{\text{eff}}$  ( $\Sigma_{\text{eff}} = \Sigma - X_i$ ). Ces essais ne permettent donc pas de déterminer clairement l'origine de l'anisotropie de comportement en fluage : est-elle due uniquement à l'influence de la direction de chargement sur les niveaux de contraintes internes générées dans le matériau ou est-elle fortement influencée par la sensibilité à la vitesse différente entre systèmes de glissement ?

Etant donnée son importance pour le comportement *en base* des réacteurs nucléaires, le fluage des tubes de gaine en Zircaloy a fait l'objet de différents travaux tant sur le produit à l'état détendu que recristallisé. Les résultats obtenus en traction et pression interne sont souvent présentés sous forme de surface d'iso-dissipation d'énergie (*creep loci*) (Murty K. L. *et al.* 1985, 91, Stehle 1977). L'anisotropie obtenue est toujours attribuée à l'activation des systèmes de glissement secondaires. Lors de la phase de modélisation l'exposant de la contrainte dans la relation donnant la vitesse de glissement est pris constant quel que soit le système de glissement, faute d'information précise sur la sensibilité à la vitesse des systèmes secondaires (Murty K. L. *et al.* 1991).

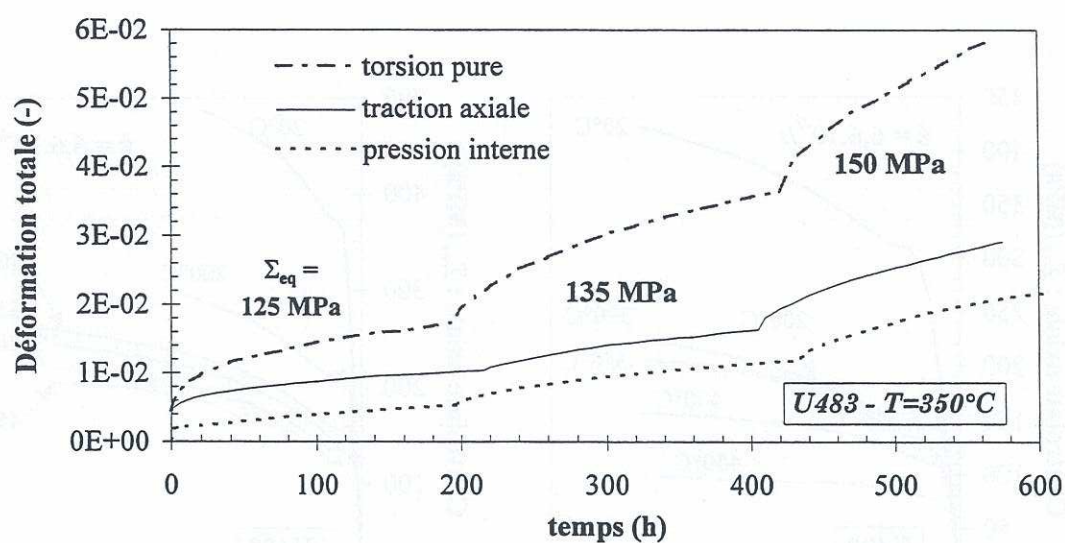


Figure III.59 : Essais de fluage sous sollicitation unidirectionnelle dans les directions axiale, circonférentielle et en torsion pure, produit U483 à 350 °C (Robinet 1995).

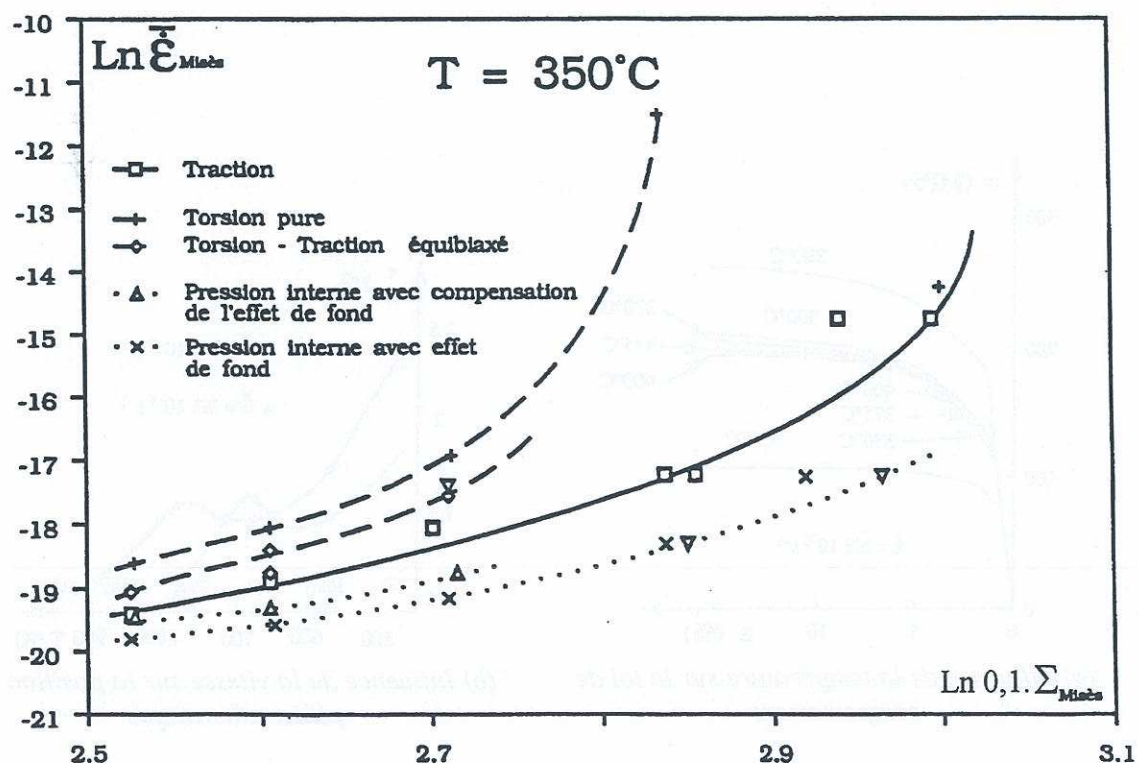


Figure III.60 : Essais de fluage sous sollicitation uniaxiale dans les directions axiale, circonférentielle et en torsion pure, produit U483 à 350 °C (Robinet 1995).



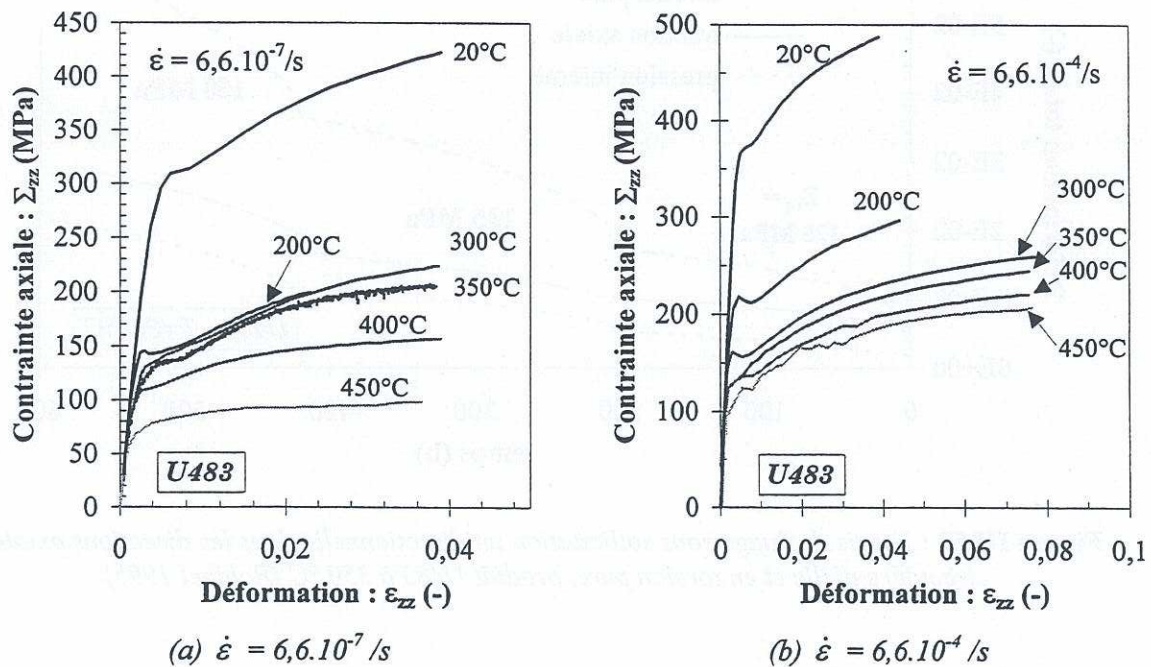


Figure III.61 : Effet de la température sur le comportement en traction pour deux vitesses de chargement (résultats d'après Robinet, 1995).

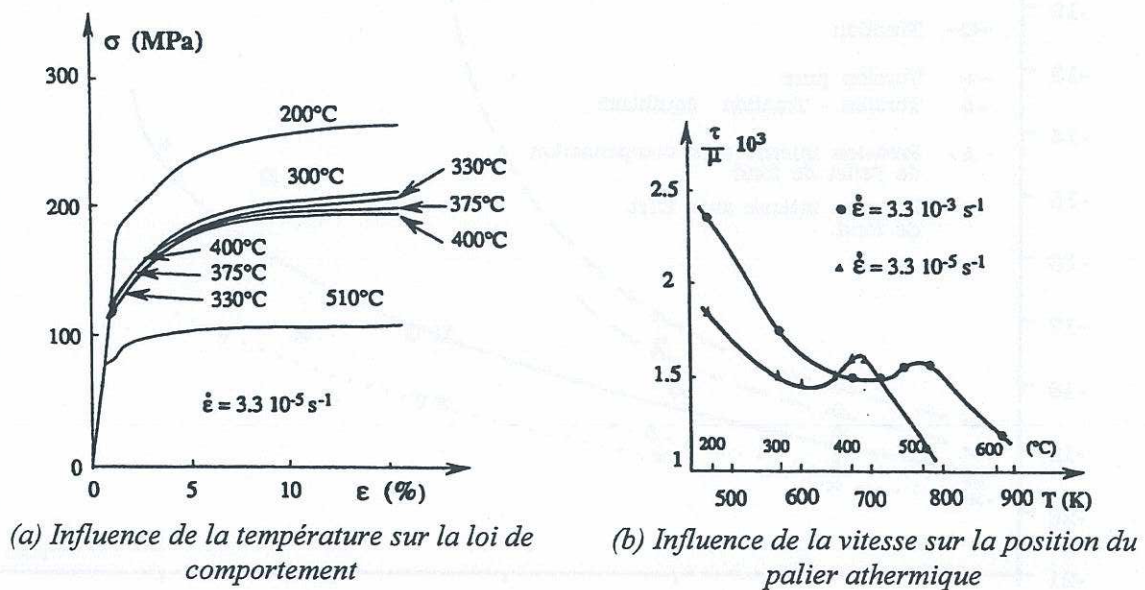


Figure III.62 : Effet de la température sur le comportement en traction du Zircaloy-4 (Derep et al. 1980).

### III.4 EFFET DE LA TEMPERATURE ENTRE 20 ET 450 °C

#### III.4.1 Comportement sous chargement uniaxial

Robinet (1995) a étudié le comportement du produit U483 en traction dans la direction axiale des tubes entre 20 et 450 °C pour les vitesses de déformation de  $6,6 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  et  $6,6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Pour la plus faible vitesse (figure III.61a), il obtient une forte décroissance de la contrainte d'écoulement entre 20 et 200 °C, puis un domaine entre 200 et 350 °C où la contrainte d'écoulement est quasiment indépendante de la température. Au-delà de 350 °C, la contrainte d'écoulement est à nouveau fonction de la température. Pour la plus forte vitesse (figure III.61b), la dépendance de la contrainte d'écoulement avec la température est importante jusqu'à 300 °C. La dépendance est ensuite très faible jusqu'à 450 °C. Ces résultats sont en bon accord avec ceux obtenus par Derep *et al.* (1980) (cf. figure III.62a). Le domaine de température où la contrainte d'écoulement devient indépendante de la température est habituellement qualifié de *plateau athermique*. Les résultats obtenus par Robinet (figures III.61a et b) et par Derep (figure III.62b) montrent que la position de ce domaine en fonction de la température est fonction de la vitesse de déformation (l'augmentation de la vitesse se traduit par un décalage du plateau vers les températures plus élevées). Ce phénomène est habituellement interprété comme une interaction entre les dislocations mobiles et les atomes d'oxygène en solution solide. Il peut être relié à la présence des crochets de traction observés lors des essais de charge/décharge effectués à 350 °C (cf. § III.3.2.2). L'appellation de *palier athermique* n'est en fait pas appropriée dans ce cas, puisque le palier observé résulte de la superposition de deux mécanismes activés thermiquement dont les effets se compensent : d'une part, la diminution de la contrainte d'écoulement par augmentation de la mobilité des dislocations avec la température et, d'autre part, l'augmentation de la contrainte d'écoulement par ancrage des dislocations par l'oxygène (Prioul 1995).

Robinet (1995) a également étudié le comportement en relaxation entre 20 et 450 °C. Ces résultats et les résultats des essais de traction pour deux vitesses de déformation différentes, nous ont permis d'étudier la variation du **volume d'activation** avec la température. Nous avons montré dans les paragraphes précédents que l'augmentation de la densité de dislocations mobiles en début d'écoulement plastique conduit à une diminution de la valeur du volume d'activation. Sauf indication contraire, on se place dans ce paragraphe pour des déformations plastiques suffisantes pour ne pas considérer ce phénomène ( $\varepsilon_p \geq 2\%$ ). Quelle que soit la température, les volumes d'activation déterminés à partir des essais de relaxation sont identiques à ceux obtenus à partir des essais de traction pour différentes vitesses de déformation. Cependant, l'incertitude apparaît plus importante avec les essais de traction à 300 et 350 °C : dans le domaine de faible sensibilité à la vitesse de déformation, une incertitude de quelques MPa sur la contrainte d'écoulement peut conduire à doubler la valeur du volume d'activation.

Rappelons que pour déterminer le volume d'activation à partir des essais de relaxation, on détermine la valeur de la pente obtenue dans le diagramme vitesse de déformation plastique en fonction du niveau de contrainte en échelle semi-logarithmique. Le premier résultat marquant dans cette analyse est la présence d'une seule pente entre 20 et 300 °C, ce qui conduit à penser que les phénomènes de restauration de la contrainte interne déterminés à 350 °C ne sont pas encore activés dans cette gamme de température. Le résultat de l'analyse est donné sur la figure III.63a pour la température de 300 °C : au premier domaine associé au volume d'activation V1 succède une



saturation du phénomène de relaxation pour des vitesses de déformation plastique comprises entre  $1.10^{-7} \text{ s}^{-1}$  et  $1.10^{-8} \text{ s}^{-1}$ ; les résultats sont similaires à 200 °C. La saturation du phénomène de relaxation est plus *exacerbée* qu'à 20 °C où elle est observée pour des vitesses de l'ordre de  $1.10^{-9} \text{ s}^{-1}$  (cf. figure III.17). Ce dernier point peut s'expliquer par une mobilité plus importante des atomes d'oxygène à partir de 200 °C : cette température correspond (dans le domaine de température étudié) au début du plateau athermique pour la vitesse de déformation de  $6,6.10^{-7} \text{ s}^{-1}$  (figure III.61).

A partir de 400 °C, on retrouve une seule pente lors de l'analyse des essais de relaxation dans le diagramme vitesse de déformation plastique en fonction du niveau de contrainte (figure III.63b). Pour une déformation plastique de 4 %, le volume d'activation est de  $27 \text{ b}^3$  en relaxation dans la direction axiale pour le produit U483 ; un essai similaire conduit en traction circonférentielle sur le produit X1 Rx conduit à un volume d'activation de  $28 \text{ b}^3$ .

Les résultats obtenus sont comparés, sur la figure III.64, aux résultats obtenus par Derep *et al.* (1980) sur du Zircaloy-4 et par Lukac *et al.* (1984) sur du Zr-O. Les résultats sur le produit U483 sont en bon accord avec ces résultats de la littérature. Notons cependant que le pic de volume d'activation obtenu par Derep semble décalé vers les températures plus élevées : ce résultat peut être attribué aux vitesses de déformations utilisées par Derep ( $3,3.10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et  $3,3.10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) plus élevées que celle de notre étude.

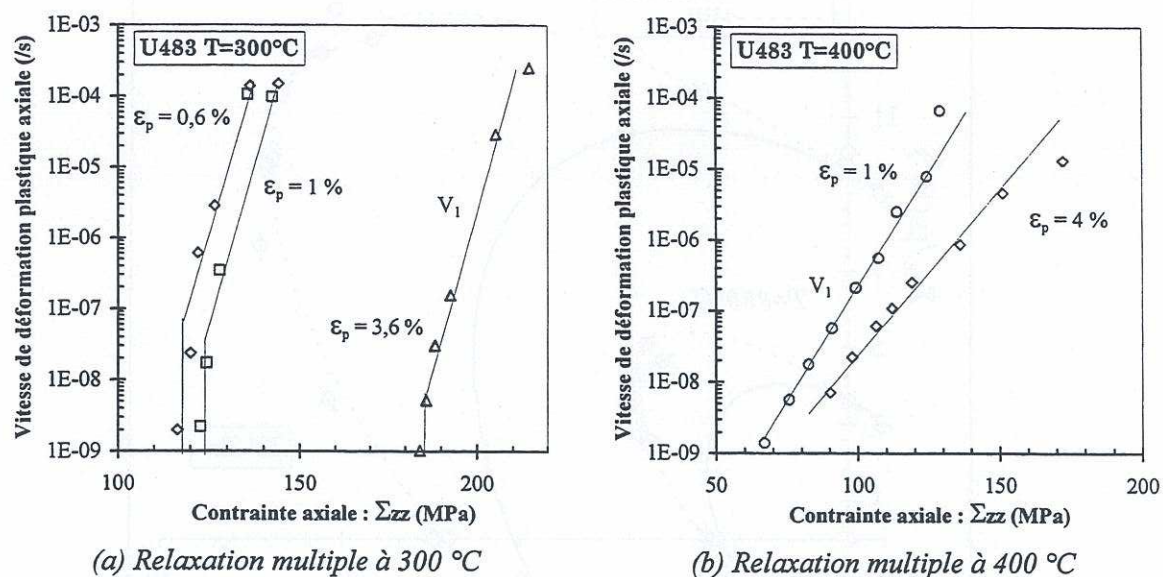
### III.4.2 Comportement sous chargement multiaxial

Pour comparer les surfaces de charge obtenues à 20 et 350 °C (pour un offset de déformation  $\varepsilon_p = 2.10^{-4}$ ), nous avons normé dans un premier temps les valeurs des contraintes par les modules de cisaillement aux deux températures (figure III.65). Les surfaces de charge ainsi obtenues restent très distinctes l'une de l'autre : l'effet de température sur le module de cisaillement ne reflète pas l'effet de température sur les contraintes d'écoulement.

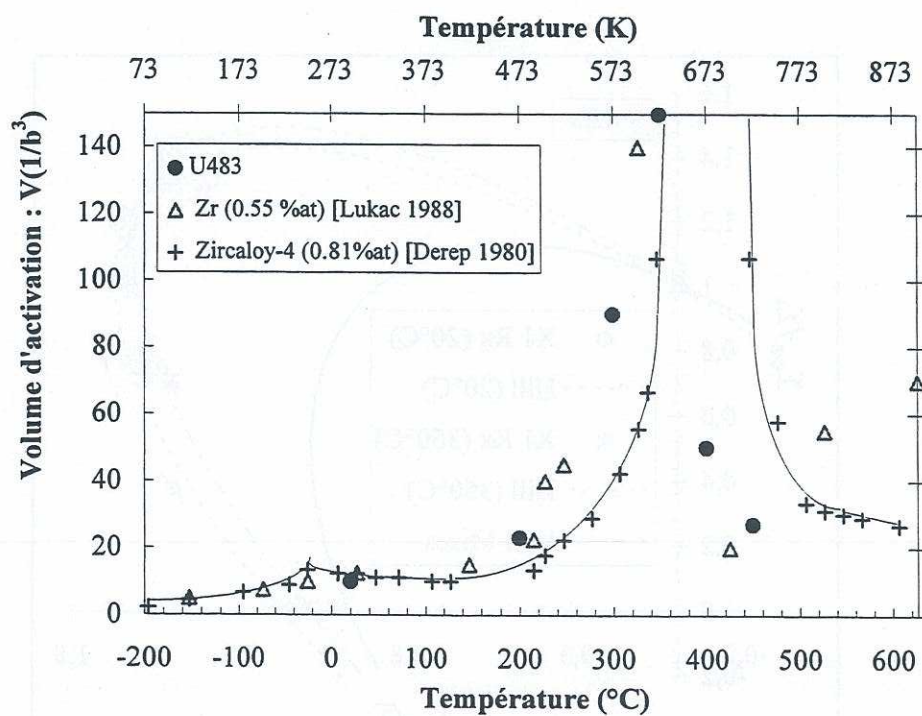
Dans un second temps, nous avons normé les contraintes d'écoulement par les valeurs obtenues en traction dans la direction axiale, cette direction ayant été retenue comme direction de référence (figure III.66). Le résultat obtenu montre que la température affecte peu l'anisotropie *initiale* du matériau : celle-ci semble donc principalement due à la texture cristallographique. Cependant, ce résultat ne peut pas être extrapolé a priori à l'anisotropie d'écrouissage, les mécanismes de déformation n'étant pas identiques aux deux températures étudiées (valeurs des cisssions critiques, activation du glissement dévié à 350 °C ...).

Pour étudier l'effet de la température sur l'écrouissage dans les différentes directions de chargement, nous avons repris la même démarche que pour la surface de plasticité. Les contraintes d'écoulement obtenues après 1 et 4 % de déformation plastique équivalente ont été reportées sur un même graphe en normant les valeurs par la contrainte d'écoulement dans la direction axiale<sup>5</sup>. Les résultats obtenus (figures III.67 a et b) montrent que l'anisotropie d'écrouissage n'est pas affectée par la température.

<sup>5</sup> Il ne s'agit pas ici de surface de plasticité, les résultats étant obtenus sur plusieurs éprouvettes soumises à des chargements radiaux. Pour un niveau de déformation plastique donné, l'état de contrainte interne est donc différent d'une éprouvette à l'autre.



**Figure III.63 :** Détermination du volume d'activation lors des essais de relaxation dans le sens axial des tubes, produit U483



**Figure III.64 :** Evolution du volume d'activation apparent avec la température



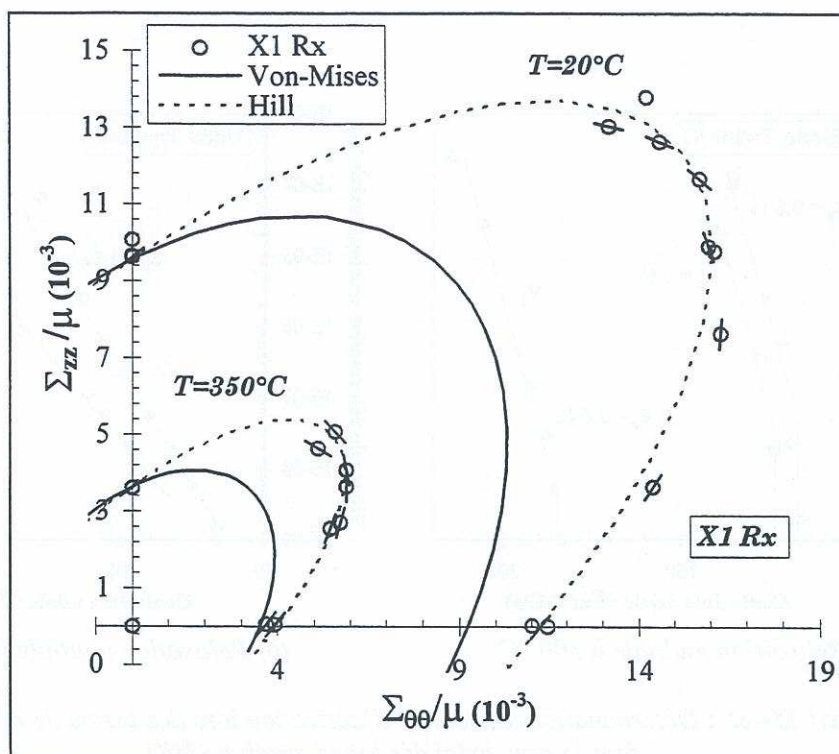


Figure III. 65 : Surface de charge pour un offset de  $2 \cdot 10^{-4}$ , normée avec le module de cisaillement  $\mu$  à 20 et 350 °C.

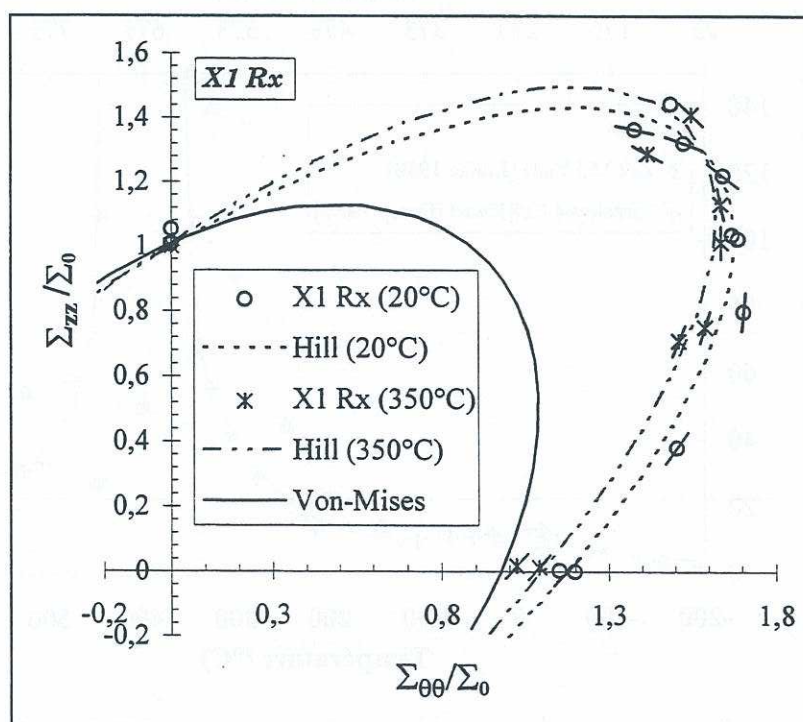
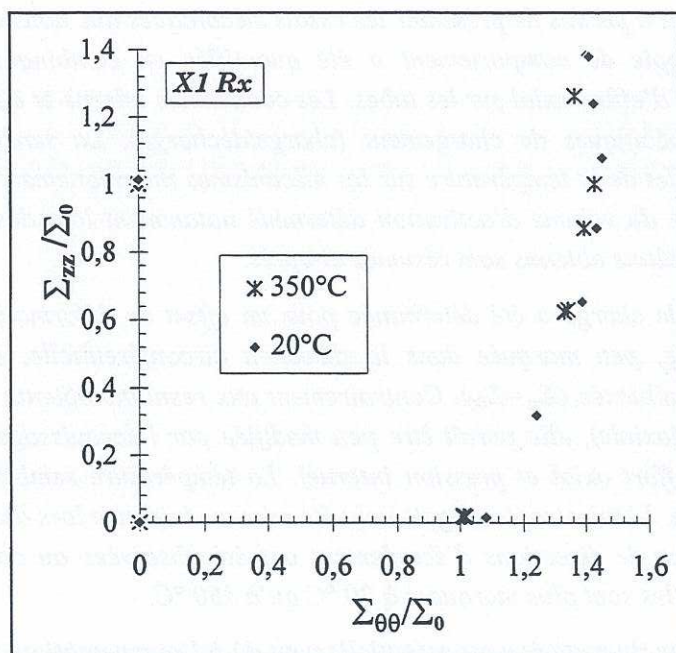
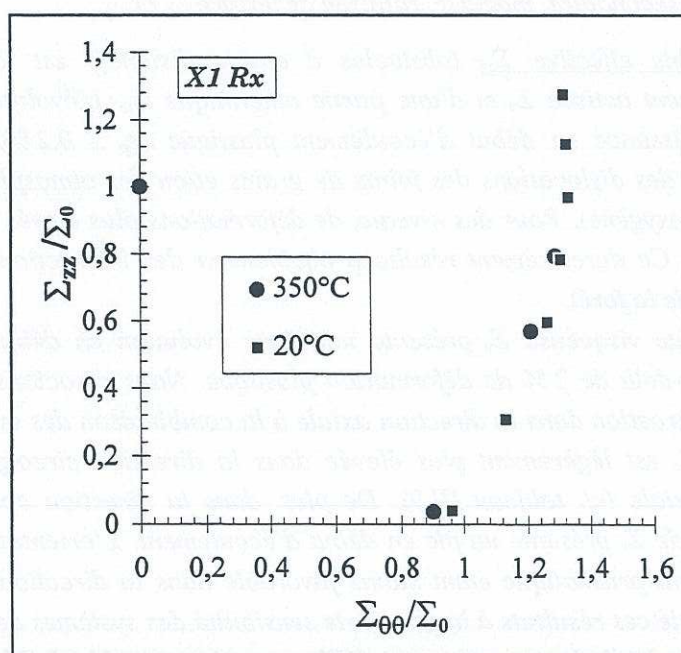


Figure III.66 : Surface de charge pour un offset de  $2 \cdot 10^{-4}$ , normée avec la contrainte d'écoulement  $\Sigma_0$  en traction uniaxiale à 20 et 350 °C.



a) Contraintes d'écoulement pour une déformation plastique équivalente  $\varepsilon_p = 1\%$



b) Contraintes d'écoulement pour une déformation plastique équivalente  $\varepsilon_p = 4\%$

**Figure III.67 :** Contraintes d'écoulement, pour un niveau de déformation plastique équivalente, normées avec la contrainte d'écoulement  $\Sigma_0$  en traction dans la direction axiale à 20 et 350 °C.



## En résumé

Ce chapitre nous a permis de présenter les essais mécaniques que nous avons menés à 20 °C et 350 °C. L'anisotropie de comportement a été quantifiée en combinant des chargements de pression interne et d'effort axial sur les tubes. Les contraintes interne et effective ont été évaluées par des trajets spécifiques de chargement (charge/décharge). La sensibilité à la vitesse de déformation et l'effet de la température sur les mécanismes thermiquement activés ont été étudiés par l'intermédiaire du volume d'activation déterminé notamment lors des phases de relaxation. Les principaux résultats obtenus sont résumés ci-après.

- \* La surface de charge a été déterminée pour un offset de déformation plastique de  $2.10^{-4}$ . L'anisotropie, peu marquée dans la direction circonférentielle, est exacerbée dans la direction équibiaxée ( $\Sigma_{zz} = \Sigma_{\theta\theta}$ ). Contrairement aux résultats obtenus sur éprouvettes plates (traction uniaxiale), elle paraît être peu modifiée par l'écrouissage pour les chargements multiaxés (effort axial et pression interne). La température semble avoir peu d'effet sur l'anisotropie. L'anisotropie a également été mise en évidence lors des essais de fluage. Des rotations de directions d'écoulement ont été observées au cours de la déformation plastique. Elles sont plus marquées à 20 °C qu'à 350 °C.
- \* L'écrouissage du matériau est essentiellement dû à l'augmentation des contraintes internes  $X_i$  (obstacles à longue distance). En début d'écoulement plastique, les contraintes internes sont plus importantes dans la direction circonférentielle que dans la direction axiale. L'effet s'inverse au-delà d'un niveau de déformation donné. Ce niveau de déformation dépend de la température (2 % à 20 °C et 1,2 % à 350 °C). Un mécanisme particulier semble être à l'origine de cette chute notable du taux d'écrouissage dans la direction circonférentielle (glissement secondaire, maclage, rotation de texture ... ?).
- \* La contrainte effective  $\Sigma_{eff}$  (obstacles à courte distance) est la somme d'une partie thermiquement activée  $\Sigma_v$  et d'une partie athermique  $\Sigma_\mu$ . L'évolution de  $\Sigma_\mu$  présente une forte décroissance en début d'écoulement plastique ( $\varepsilon_p \leq 0,2\%$ ) que l'on attribue au désancrage des dislocations des joints de grains et/ou des atmosphères de Cottrell (zones d'ordre en oxygène). Pour des niveaux de déformations plus élevés ( $\varepsilon_p \geq 1\%$ )  $\Sigma_\mu$  augmente légèrement. Ce durcissement résulte probablement des interactions entre dislocations de type arbre de la forêt.  
La contrainte visqueuse  $\Sigma_v$  présente une forte évolution en début d'écoulement puis se stabilise au-delà de 2 % de déformation plastique. Nous associons le crochet de traction observé en traction dans la direction axiale à la combinaison des évolutions de  $\Sigma_\mu$  et de  $\Sigma_v$ . A 20 °C,  $\Sigma_v$  est légèrement plus élevée dans la direction circonférentielle que dans la direction axiale (cf. tableau III.9). De plus, dans la direction circonférentielle à 20 °C, l'évolution de  $\Sigma_v$  présente un pic en début d'écoulement. L'orientation des grains vis-à-vis du glissement prismatique étant moins favorable dans la direction circonférentielle, nous avons associé ces résultats à la plus forte sensibilité des systèmes de glissement secondaire, relatée dans la littérature. Aucune différence n'est notable à 350 °C où les valeurs de contrainte visqueuse sont beaucoup plus faibles.
- \* Le volume d'activation décroît fortement en début d'écoulement plastique puis se stabilise au-delà de 1 à 2 % de déformation suivant la température. Cette décroissance peut s'expliquer par l'augmentation de la densité de dislocations mobiles en début d'écoulement plastique.

A 20 °C, un seul volume d'activation ( $V_1$ ) est observé quel que soit le type d'essai (écrouissage, fluage ou relaxation) : nous sommes en présence des mêmes mécanismes de déformation. Cette interprétation est renforcée par l'égalité entre les contraintes visqueuses déterminées lors des essais de charge/décharge et les amplitudes de contraintes relaxées ( $\Sigma_v = \Sigma_{relax}$  à 20 °C). Le volume d'activation dans la direction axiale est légèrement plus élevé que dans la direction circonférentielle (cf. tableau III.9). Ce résultat est à rapprocher de la différence des valeurs de contraintes visqueuses obtenues dans les deux directions. Les glissements secondaires participent probablement de façon plus conséquente à la vitesse de déformation dans la direction circonférentielle.

A 350 °C, quelle que soit la direction de chargement, deux volumes d'activation  $V_1$  et  $V_2$  sont déterminés,  $V_2$  résultant en fait d'une relaxation des contraintes internes. Ce résultat est confirmé par la chute de la contrainte interne obtenue en relaxation ( $\Sigma_v \neq \Sigma_{relax}$  à 350 °C). De façon similaire à 20 °C,  $V_1$  est légèrement plus faible dans la direction circonférentielle que dans la direction axiale.

\* Influence de la température :

L'évolution de la contrainte d'écoulement avec la température présente un palier athermique dont la position est fonction de la vitesse de déformation. Ce phénomène est habituellement interprété comme une interaction entre les dislocations mobiles et les atomes d'oxygène en solution solide. La faible sensibilité à la vitesse de déformation se traduit dans ce domaine de température par des valeurs de volumes d'activation très élevées.

Entre 20 °C et 300 °C, un seul volume d'activation est déterminé en relaxation : la restauration n'est donc pas encore active dans cette gamme de température.

Les valeurs de  $\Sigma_v/\mu$  ne sont pas les mêmes à 20 °C et 350 °C (cf. tableau III.9) : les mécanismes associés (franchissement des obstacles athermiques à courte distance) sont donc probablement différents.

	$\Sigma_0$ (MPa) $\Sigma_0/\mu$ ( $10^{-3}$ )	$X_i$ (MPa) $X_i/\mu$ ( $10^{-3}$ )	$\Sigma_\mu$ (MPa) $\Sigma_\mu/\mu$ ( $10^{-3}$ )	$\Sigma_v$ (MPa) $\Sigma_v/\mu$ ( $10^{-3}$ )	$V_1/b^3$
traction axiale	220 6,07	290 8	100 2,76	140 3,86	10
traction circonférentielle	260 7,18	230 6,35	140 3,86	160 4,42	9,5

a) Valeurs à 20 °C (module de cisaillement  $\mu=36,2$  GPa)

	$\Sigma_0$ (MPa) $\Sigma_0/\mu$ ( $10^{-3}$ )	$X_i$ (MPa) $X_i/\mu$ ( $10^{-3}$ )	$\Sigma_\mu$ (MPa) $\Sigma_\mu/\mu$ ( $10^{-3}$ )	$\Sigma_v$ (MPa) $\Sigma_v/\mu$ ( $10^{-3}$ )	$V_1/b^3$
traction axiale	80 2,8	135 4,73	50 1,75	40 1,4	60
traction circonférentielle	105 3,68	125 4,38	50 1,75	40 1,4	40

b) Valeurs à 350 °C ( $\mu=28,6$  GPa)

**Tableau III.9 :** Synthèse des données obtenues en traction pour une vitesse  $2.10^{-4}$  /s : limite d'élasticité ( $\Sigma_0$ ) (offset de  $10^5$ ) ; contrainte interne ( $X_i$ ), contrainte effective athermique ( $\Sigma_\mu$ ), contrainte visqueuse ( $\Sigma_v$ ) et volume d'activation ( $V_1/b^3$ ) pour 4% de déformation plastique.













---

## Chapitre IV

# Etude des mécanismes de déformation à 20 °C et 350 °C en Microscopie Electronique à Transmission

---

*L'analyse des résultats des essais mécaniques et les données issues de la littérature nous ont permis de dégager des premières idées sur les mécanismes physiques à l'origine de la déformation plastique. L'objectif de l'analyse en microscopie électronique à transmission est d'obtenir une connaissance et une compréhension suffisante des mécanismes de déformation à l'échelle des grains en vue de la modélisation.*

*Le premier paragraphe de ce chapitre présente la méthodologie employée et donne un récapitulatif des états de déformation observés. La méthodologie est inspirée de travaux antérieurs sur les alliages de titane (Feaugas 1994, Bourgeois 1997). Le choix des sollicitations subies par les éprouvettes avant observation découle de l'analyse des résultats des essais mécaniques présentés au chapitre III. Le deuxième paragraphe présente les observations effectuées après écrouissage du matériau et le troisième après fluage ou relaxation.*



Direction de chargement :	Ecouissage à 20 °C				Ecouissage à 350 °C		
	$\epsilon_p = 0,2\%$	$\epsilon_p = 1\%$	$\epsilon_p = 4\%$	$\epsilon_p = 14\%$	$\epsilon_p = 1\%$	$\epsilon_p = 4\%$	$\epsilon_p = 8\%$
Axiale	QAS X1 Rx	QAS U483	QAS U483	Obs U483	QAS U556	QAS U556	Obs U483
Circonféren- tielle	QAS X1 Rx	QAS U556	QAS U556		QAS U556	QAS U556	
Equibiaxée		QAS U483	QAS U556		QAS U556		
Biaxée $\alpha = 0,62$	QAS X1 Rx						

a) Essais d'écouissage ( $\dot{\epsilon}^p = 2.10^{-4} s^{-1}$  ou  $6,6.10^{-4} s^{-1}$ )

Direction de chargement :	Relaxation à 20 °C	Relaxation à 350 °C		
	$\epsilon_p = 1,2\%$	$\epsilon_p = 1\%$	$\epsilon_p = 4\%$	$\epsilon_p = 5\%$
Axiale	QSt U556	QSt U556		QSt U556
Circonféren- tielle			QSt X1 Rx	
Equibiaxée	QSt U556			

b) Essais de relaxation

Direction de chargement :	Fluage à 20 °C		Fluage à 350 °C					
	$\Sigma_{eq} = 350 \text{ MPa}$		$\Sigma_{eq} = 100 \text{ MPa}$		$\Sigma_{eq} = 140 \text{ MPa}$		$\Sigma_{eq} = 180 \text{ MPa}$	
Axiale	$\epsilon_p = 1,5\%$ $\dot{\epsilon}^p = 2.10^{-9}/s$	QSt U556	$\epsilon_p = 0,25\%$ $\dot{\epsilon}^p = 8.10^{-10}/s$	QSt U556	$\epsilon_p = 1,2\%$ $\dot{\epsilon}^p = 2.10^{-9}/s$	QSt U556	$\epsilon_p = 6\%$ $\dot{\epsilon}^p = 2.10^{-8}/s$	QSt U556
Circonféren- tielle								
Equibiaxée	$\epsilon_p = 0,5\%$ $\dot{\epsilon}^p = 3.10^{-11}/s$	QSt U556						

c) Essais de fluage

Légende :

Obs = Observation uniquement qualitative

QSt = Quantification des grains présentant des structures de dislocations

QAS = Quantification de l'activité des différents systèmes de glissement et de maclage

$\epsilon_p = (2/3 \epsilon_{ij}^p \epsilon_{ij}^p)^{1/2}$  : déformation plastique équivalente (en fin d'essai)

$\dot{\epsilon}^p$  = vitesse de déformation plastique équivalente (en fin d'essai)

$\Sigma_{eq} = (3/2 S_{ij} S_{ij})^{1/2}$  : contrainte équivalente

Tableau IV.1 : Synthèse des échantillons observés post mortem en MET.

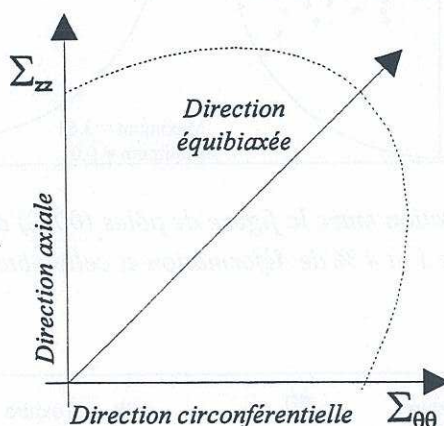


## IV.1 METHODE D'OBSERVATION EN MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION - ETATS DE DEFORMATION OBSERVES

Dans notre approche, l'objectif de l'analyse en Microscopie Electronique en Transmission (MET) est d'identifier les **modes de déformation activés** en fonction de l'orientation de la sollicitation (anisotropie de comportement), du niveau de déformation plastique macroscopique, du mode de chargement (écrouissage, fluage, relaxation), et de la température.

Une synthèse des échantillons étudiés *post mortem* en MET est donnée dans les tableaux IV.1a, b et c pour les essais réalisés à température ambiante et à 350 °C. Les observations ont été principalement conduites sur le produit repéré U556, mais également sur les produits U483 et X1 Rx. Etant données les faibles différences entre ces trois produits (cf. chapitres II et III), l'analyse des observations sera effectuée sans les distinguer.

L'évolution des microstructures de déformation a été étudiée essentiellement pour **trois directions de chargement** que nous nommerons abusivement<sup>1</sup> par la suite *directions axiale, circonférentielle et équi biaxée* (figure IV.1). Les niveaux de déformation sont compris entre 0,2 et 14 %. Les faibles déformations plastiques ( $\epsilon_p \leq 1$  %) doivent nous renseigner sur la nature de l'anisotropie de la contrainte seuil d'écoulement plastique, alors que les niveaux plus élevés ( $\epsilon_p \geq 4$  %) nous apporteront des éléments de discussion sur la nature de l'écrouissage suivant la direction de sollicitation.



**Figure IV.1 : Définition des chargements mécaniques des échantillons observés en MET.**

Trois types d'observations ont été effectués (cf. tableau IV.1) :

- des observations uniquement qualitatives des microstructures de déformation (*Obs*);
- des observations pour quantifier les pourcentages de grains non déformés, déformés de manière homogène ou présentant une structuration des dislocations (*QSt*) ;
- enfin des observations pour quantifier, dans chaque grain étudié, l'activation des différents systèmes de déformation et la présence (ou non) de structures de dislocations (*QAS*).

<sup>1</sup> Les essais en pression interne effectués au LMA-RC sur les produits U483 et U556 sont pilotés en contrôlant la vitesse de déformation circonférentielle, ce qui entraîne une légère variation de la direction de chargement dans l'espace des contraintes (cf. chapitre III).



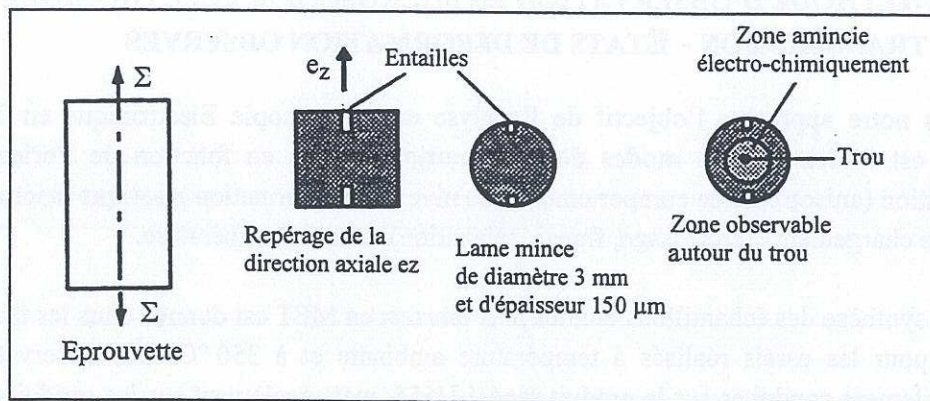


Figure IV.2 : Prélèvement des lames minces.

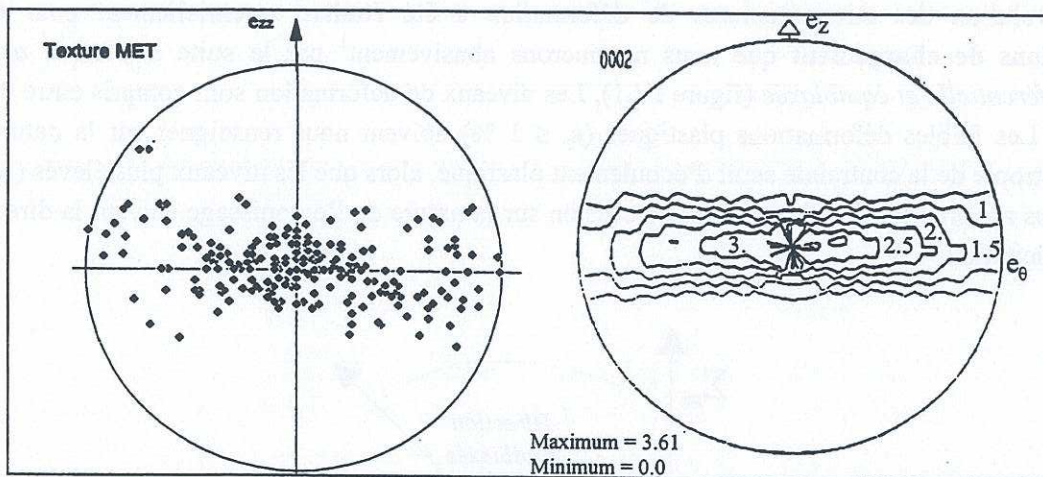
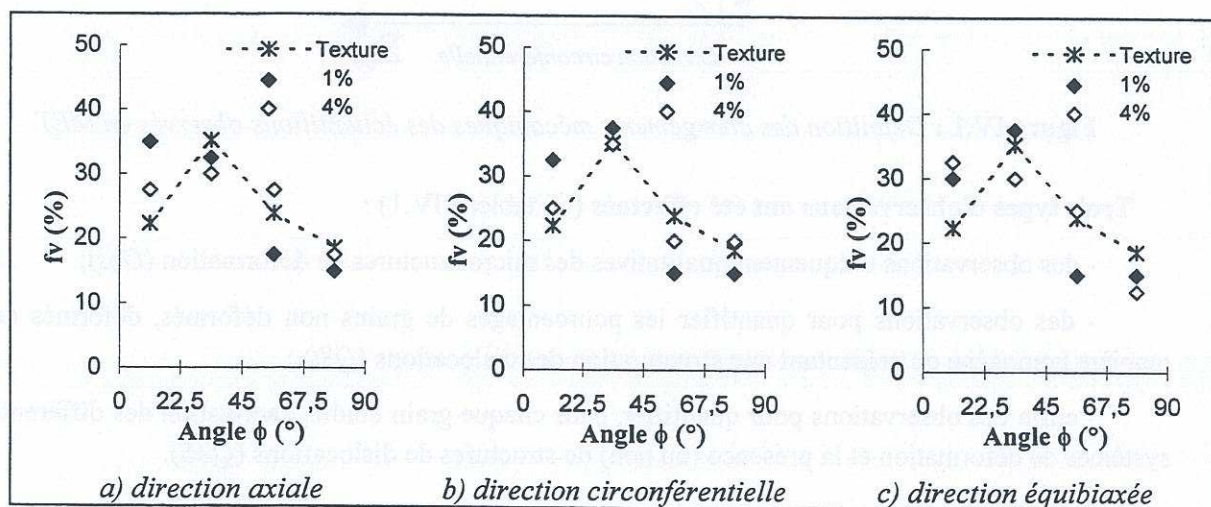


Figure IV.3 : Confrontation entre la figure de pôles (0002) de l'ensemble des grains étudiés en écroutissage à 20 °C entre 1 et 4 % de déformation et celle obtenue par diffraction des rayons X.

Figure IV.4 : Densité de pôles (0002) suivant l'angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e$ , pour les textures obtenues par diffraction des rayons X et en MET lors des quantifications à 20 °C.



Pour la plupart des sollicitations mécaniques, nous avons étudié les modes de déformation présents sur une **population de 40 à 50 grains**. Cette population est généralement obtenue sur une à deux lames minces. Notons que de par la technique d'investigation utilisée, le domaine d'observation est loin d'être circulaire et ne représente qu'une surface d'environ  $5.10^{-3} \text{ mm}^2$ . Ces deux points peuvent être considérés comme négatifs vis-à-vis du caractère représentatif de la population choisie. Il faut toutefois rester conscient des difficultés d'une telle démarche et en connaître ses limites. Seul l'ensemble des résultats présentés dans notre étude permettra d'en juger la pertinence. Le prélèvement de la lame mince par rapport à la géométrie du tube, ainsi que le repérage de la direction axiale  $e_z$  sont représentés sur la figure IV.2. La lame mince ainsi réalisée est placée sur une platine rotative autorisant une rotation de  $\pm 60^\circ$  suivant un axe de tilt sur lequel initialement nous plaçons l'axe  $e_z$  (repéré par les entailles sur la lame) ; la direction radiale  $e_r$  est alors normale à la platine.

Pour les observations notées *QSt*, destinées à la quantification des grains déformés ou non, présentant des structures de dislocations (amas, sous-joints, cellules ...), les renseignements suivants ont été relevés :

- taille des cellules (d) pour les grains présentant des structures cellulaires ;
- dimension des réseaux constituant les sous-joints ( $h$  = distance moyenne inter-dislocations dans les sous-joints ou *mesh-size*).

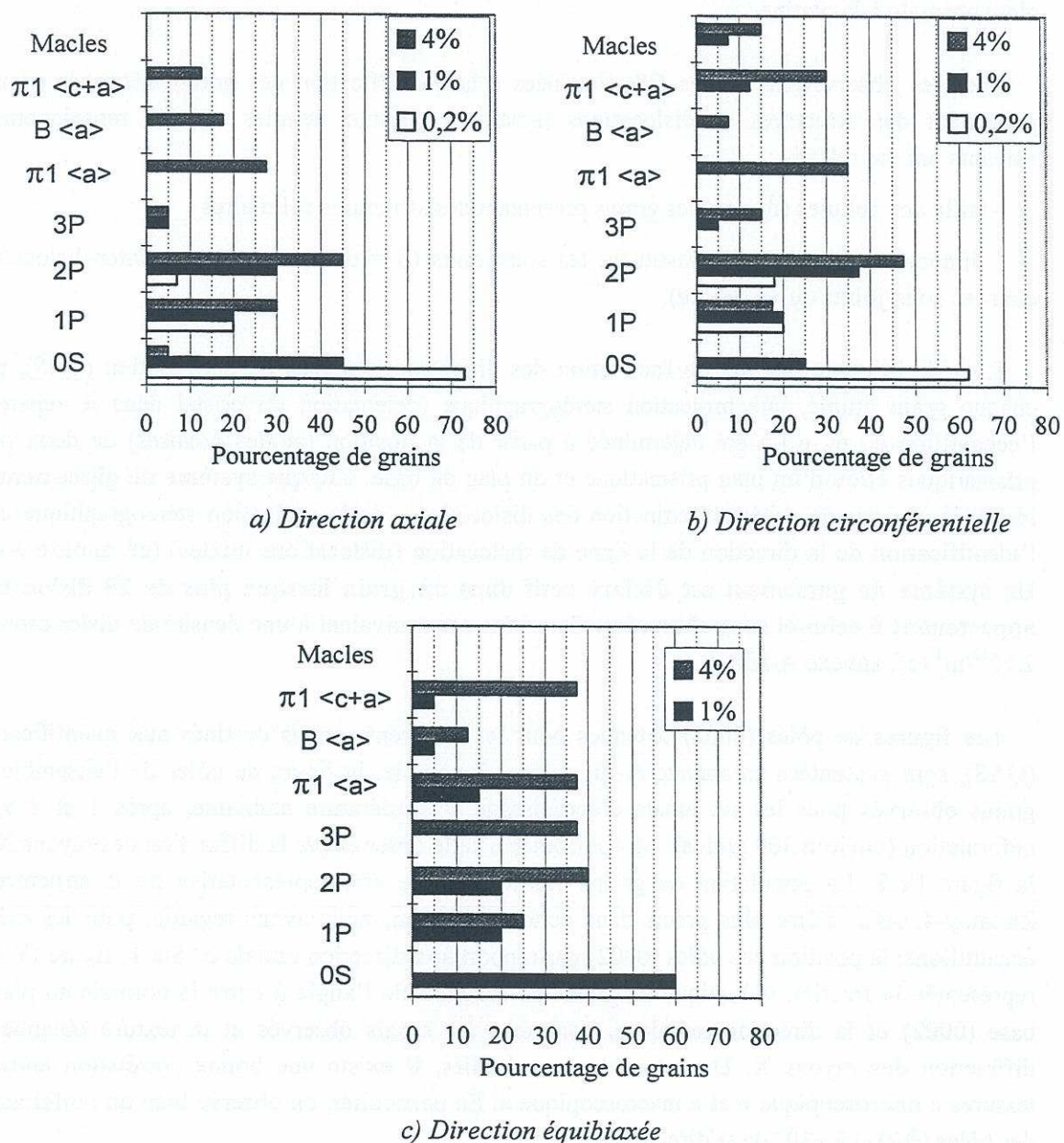
Lors de la quantification de l'activation des différents systèmes de déformation (*QAS*), pour chaque grain étudié, une projection stéréographique (orientation du cristal dans le repère de l'échantillon  $e_r$ ,  $e_\theta$ ,  $e_z$ ) a été déterminée à partir de la position (angles polaires) de deux plans prismatiques et/ou d'un plan prismatique et du plan de base. **Chaque système de glissement est identifié** à partir du critère d'extinction des dislocations, de la projection stéréographique et de l'identification de la direction de la ligne de dislocation (dislocations mixtes) (cf. annexe A-III). **Un système de glissement est déclaré actif dans un grain lorsque plus de 20 dislocations appartenant à celui-ci sont observées.** Ce critère est équivalent à une densité de dislocations de  $2.10^{12}/\text{m}^2$  (cf. annexe A-III).

Les figures de pôles (0002) obtenues pour les différents essais destinés aux quantifications (*QAS*), sont présentées en annexe A-III. A titre d'exemple, la figure de pôles de l'ensemble des grains observés pour les six essais d'écrouissage à température ambiante, après 1 et 4 % de déformation (environ 300 grains), est confrontée à celle obtenue par la diffraction des rayons X sur la figure IV.3. La population de grains étudiée semble être représentative de la structure du Zircaloy-4. Afin d'être plus précis dans cette corrélation, nous avons regardé, pour les mêmes échantillons, la position des pôles (0002) par rapport à la direction radiale  $e_r$ . Sur la figure IV.4 est représentée la fraction volumique de grains en fonction de l'angle  $\phi$  entre la normale au plan de base (0002) et la direction radiale  $e_r$  pour tous les essais observés et la texture obtenue par diffraction des rayons X. Dans tous les cas étudiés, il existe une bonne corrélation entre les textures « microscopique » et « macroscopique ». En particulier, on observe bien un renforcement des pôles (0002) à  $\pm 30^\circ$  de la direction  $e_r$ .



## IV.2 MODES DE DEFORMATION OBSERVES APRES ECROUISSAGE

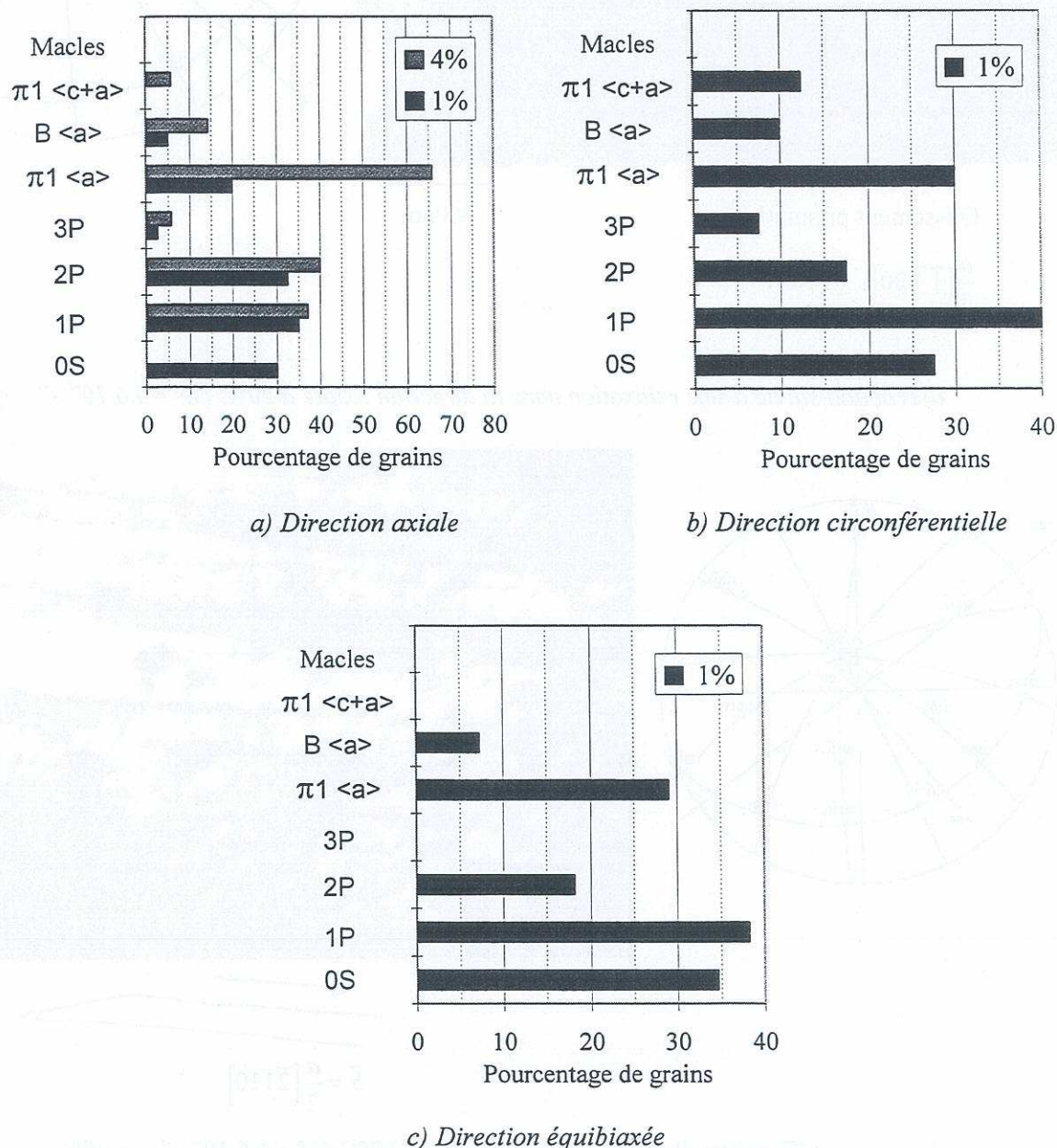
Les observations en MET des éprouvettes testées en écouissage à vitesse de déformation imposée ont révélé l'activation de quatre systèmes de glissement différents et d'un système de maclage. Leur présence est fonction de la direction de chargement, du niveau de déformation plastique équivalente ( $\bar{\epsilon}^p = (2/3 \epsilon_{ij}^p \epsilon_{ij}^p)^{1/2}$ ) et de la température. Une synthèse de l'ensemble des résultats obtenus est présentée sous forme d'histogrammes sur les figures IV.5 (20 °C) et IV.6 (350 °C). Pour une direction de chargement et un niveau de déformation donnés, les histogrammes nous donnent le pourcentage de grains non déformés (0S), de grains présentant du glissement prismatique (en précisant la multiplicité 1P, 2P ou 3P) et de grains présentant des glissements secondaires ( $\langle a \rangle \pi_1$ ,  $\langle a \rangle B$ ,  $\langle c+a \rangle \pi_1$ ) ou du maclage.



**Figure IV.5 :** Nature des modes de déformation après écouissage à 20 °C, en fonction de la direction de chargement et du niveau de déformation plastique équivalente (0,2, 1 et 4 %).

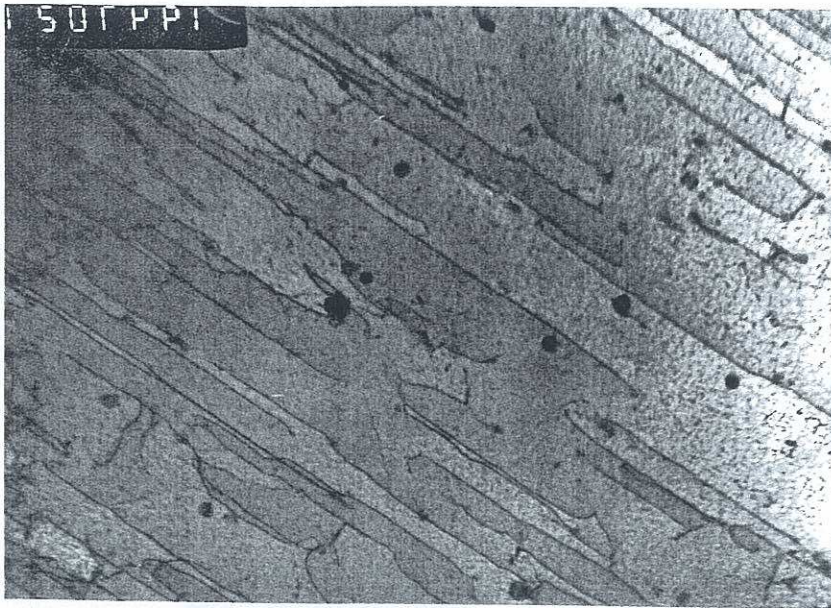


A 350 °C, la quantification s'est avérée beaucoup plus fastidieuse qu'à température ambiante (généralisation du glissement dévié, structures de déformation plus complexes...). En particulier, l'apparition de structures hétérogènes de dislocations dans la direction circonférentielle dès 4 % de déformation plastique rend très difficiles les quantifications. Dans cette configuration, nous nous sommes bornés à vérifier la présence de glissement  $\langle c+a \rangle$  : pour dix grains d'angle  $\phi$  compris entre 30 et 90°, neuf présentaient du glissement  $\langle c+a \rangle$ .



**Figure IV.6 :** Nature des modes de déformation après écrouissage à 350 °C en fonction de la direction de chargement et du niveau de déformation plastique équivalente.

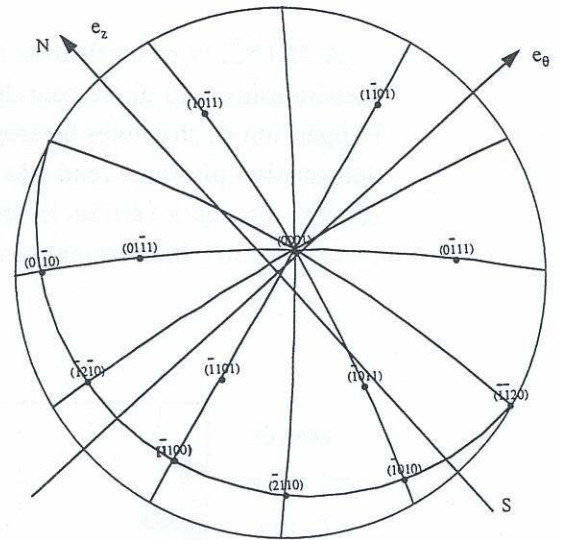




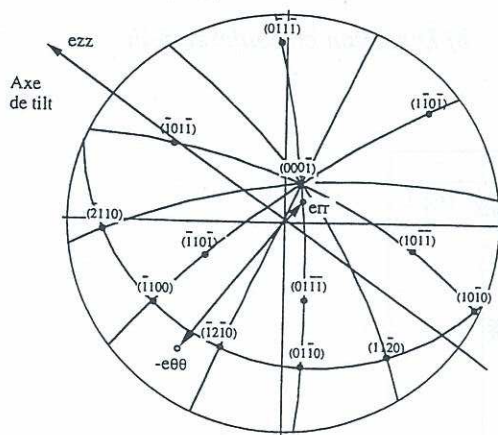
Glissement prismatique

460nm

$$\frac{a}{3} [\bar{1}\bar{1}20] \quad (\bar{1}100)$$



a) Traction suivie d'une relaxation dans la direction axiale à 20°C ( $\dot{\epsilon}^p = 6,6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ;  $\epsilon_p = 1\%$ )



$$\vec{b} = \frac{a}{2} [\bar{2}110]$$

b) Traction dans la direction axiale à 350°C ( $\dot{\epsilon}^p = 6,6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  ;  $\epsilon_p = 8\%$ )

Figure IV.8 : Dipôles vis ; mise en évidence d'une différence de mobilité entre dislocations vis et coin.



### IV.2.1 Grains non déformés

Le pourcentage de grains non déformés en fonction du niveau de déformation plastique est reporté sur les figures IV.7 a et b pour les trois directions de chargement étudiées, respectivement à 20 °C et à 350 °C. A température ambiante, 73 % des grains sont toujours non déformés après 0,2 % de déformation plastique dans la direction axiale. Dans les mêmes conditions, 62 % des grains sont non déformés dans la direction circonférentielle ; l'écart entre les directions axiale et circonférentielle est conservé à 1 % de déformation plastique. La direction équibiaxée apparaît comme la plus *dure* : 60 % des grains sont toujours non déformés après 1 % de déformation plastique. Pour 4 % de déformation, quasiment tous les grains sont déformés quelle que soit la direction de chargement.

La température ne semble pas avoir d'effet sur le pourcentage de grains non déformés dans la direction circonférentielle, tandis que le pourcentage de grains non déformés chute dans les deux autres directions pour 1 % de déformation plastique. Le pourcentage de grains non déformés semble indépendant de la direction de chargement à 350 °C. Ce résultat pourrait nous conduire, par un raisonnement un peu hâtif, à supposer que l'anisotropie diminue avec la température ; les résultats des essais mécaniques nous conduisent à penser le contraire (cf. figures III.66 et III.67). Enfin, comme à 20 °C, tous les grains sont déformés pour 4 % de déformation plastique.

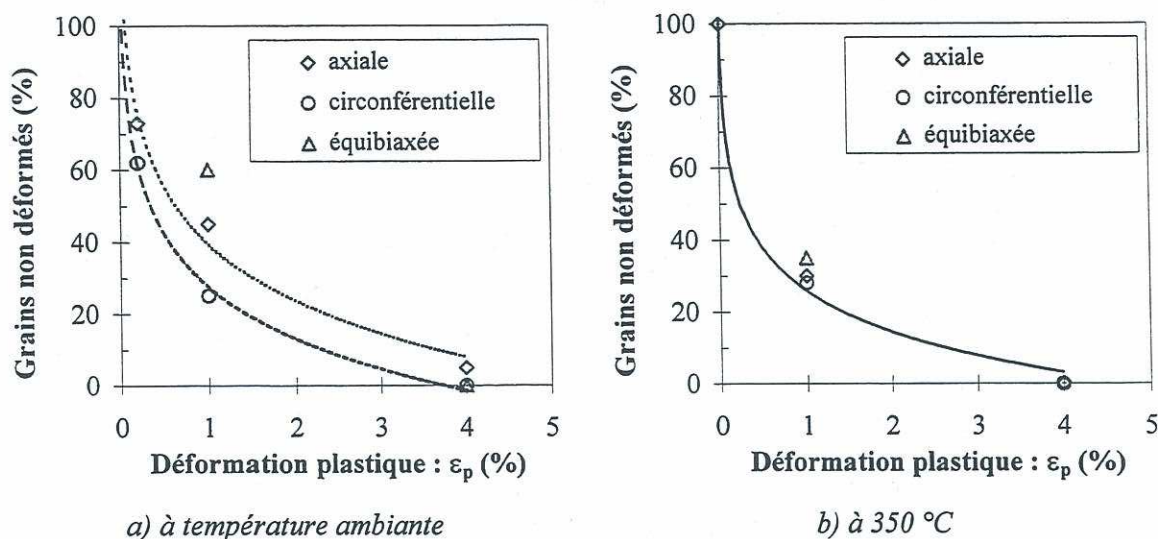
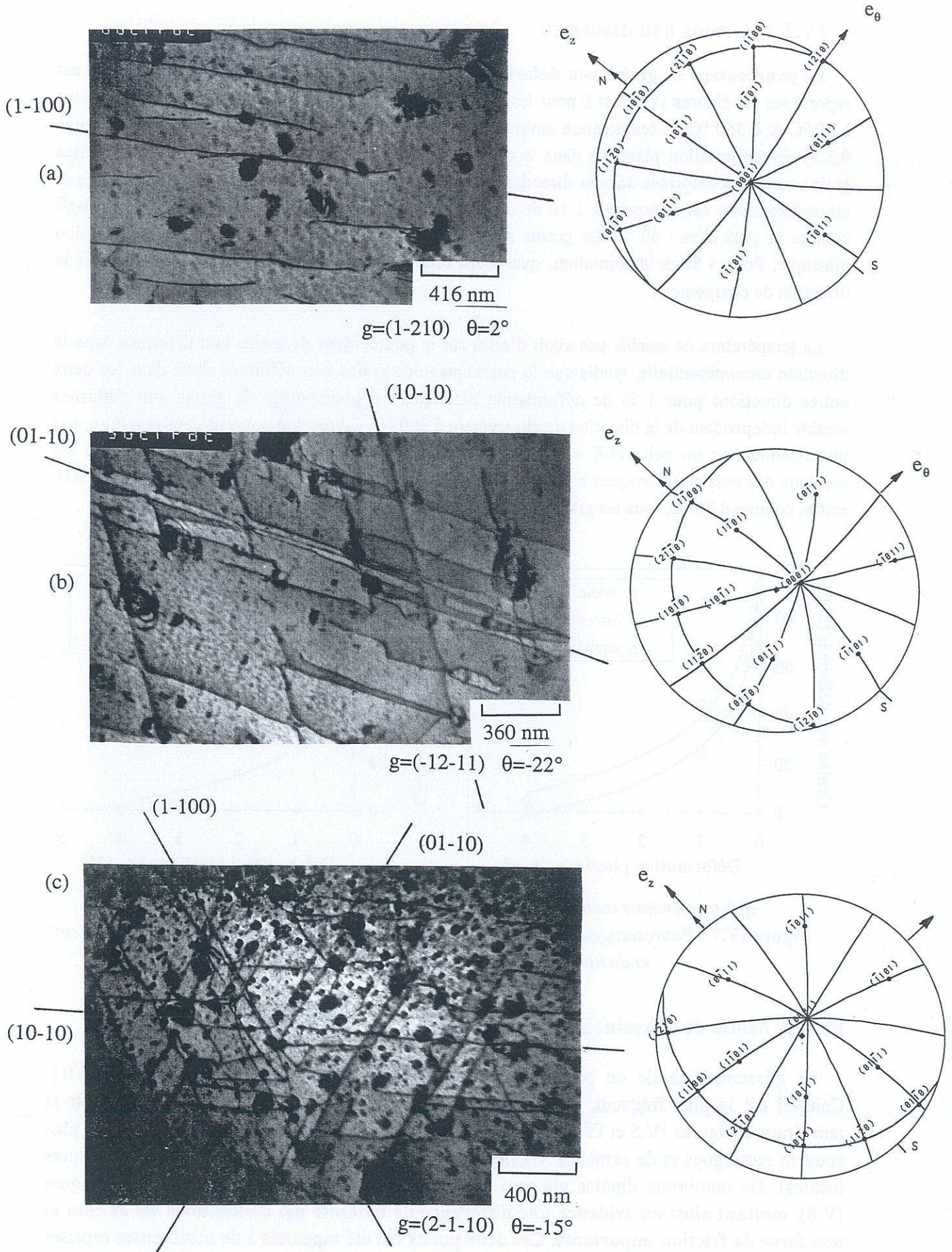


Figure IV.7 : Pourcentage de grains non déformés en fonction de la direction de chargement et du niveau de déformation plastique équivalente.

### IV.2.2 Mode de glissement principal

Le glissement facile ou principal est le **glissement prismatique**  $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle \{10\bar{1}0\}$ . Celui-ci est le plus fréquent, dans toutes les conditions de chargement, quelle que soit la température (figures IV.5 et IV.6). Les dislocations observées *post mortem* à 20 °C sont le plus souvent rectilignes et de caractère vis (le plan d'habitat est déterminé grâce à leurs courbures locales). De nombreux dipôles vis sont observés à 20 °C, mais également à 350 °C (figure IV.8), mettant ainsi en évidence une différence de mobilité des dislocations vis et coin et une force de friction importante. Ces deux points ont été rapportés à de nombreuses reprises dans Zr- $\alpha$ , Ti- $\alpha$  et leurs alliages (cf. chapitre I).





**Figure IV.9 :** Mise en évidence du glissement  $\langle a \rangle$  dans les plans prismatiques suivant 1 système de glissement (a), 2 systèmes (b) et 3 systèmes (c) ; écouissage dans la direction axiale ( $\epsilon_p=1\%$ ).

Suivant l'orientation des grains étudiés, un, deux ou trois systèmes de glissement prismatique peuvent être activés (figures IV.9, IV.5 et IV.6). Notons, cependant, que seuls deux des trois glissements prismatiques sont indépendants.

Le glissement prismatique est plus difficile dans la direction équibiaxée après 1 % de déformation plastique, pour les deux températures étudiées (tableau IV.2). Pour les deux autres directions de chargement étudiées (directions axiale et circonférentielle), le pourcentage de grains présentant du glissement prismatique est similaire.

Lorsque la déformation plastique équivalente est plus importante ( $\varepsilon_p = 4\%$ ), la plupart des grains présentent du glissement prismatique indépendamment de la direction de chargement et de la température (tableau IV.2).

Direction de chargement :	Ecrouissage à 20 °C			Ecrouissage à 350 °C	
	$\varepsilon_p = 0,2\%$	$\varepsilon_p = 1\%$	$\varepsilon_p = 4\%$	$\varepsilon_p = 1\%$	$\varepsilon_p = 4\%$
Axiale	27 %	55 %	80 %	70 %	83 %
Circonférentielle	38 %	56 %	80 %	65 %	
Equibiaxée		40 %	100 %	56 %	

Tableau IV.2 : Pourcentage de grains présentant du glissement prismatique.

Malgré le caractère très rectiligne des dislocations vis  $\langle a \rangle P$ , il est parfois observé des crans sur celles-ci malgré qu'un seul système soit activé. Sur la figure IV.10, le plan de glissement prismatique est perpendiculaire à la micrographie. Le cran observé n'est donc pas dans le plan de glissement principal, mettant ainsi en évidence l'activation du glissement dévié (à courtes distances) dès 20 °C. Williams *et al.* (1971) ont montré dans Ti- $\alpha$  que le glissement prismatique est planaire pour une teneur d'oxygène supérieure à 1 % en atome. Dans le Zircaloy-4, la teneur en oxygène inférieure à 1 % semble justifier l'observation du glissement dévié dès 20 °C.

A 350 °C, le glissement dévié est généralisé dans la majorité des grains. Sur la figure IV.11, un mécanisme de double glissement dévié est mis en évidence. Le plan de déviation est un plan pyramidal de première espèce  $\langle a \rangle \pi_1$ . La distance de parcours dans le plan de déviation est de l'ordre de 64 nm, ce qui souligne son importance. Contrairement aux résultats de Farenc *et al.* (1995), le plan de base n'a pas été mis en évidence comme plan de déviation, confirmant ainsi que ce mécanisme n'est probablement pas actif pour des concentrations en oxygène supérieures à 120 ppm (Aktar 1971).



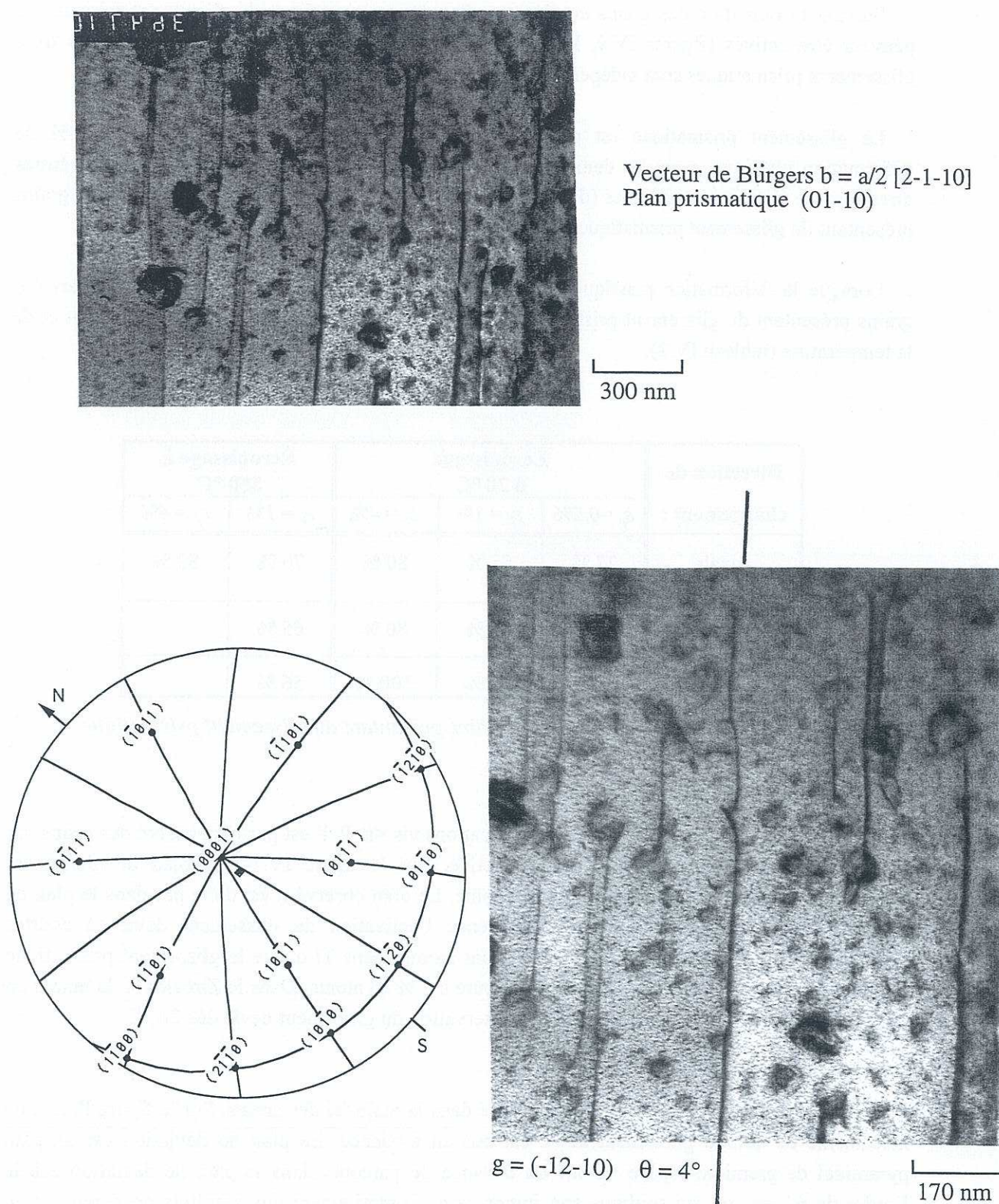


Figure IV.10 : Mise en évidence du glissement dévié des dislocations  $\langle a \rangle$  P de type vis ; écoulement dans la direction axiale ( $\epsilon_p = 1\%$ ).







### IV.2.3 Modes de glissement secondaire

#### IV.2.3.1 Glissement $\langle a \rangle$ dans le plan pyramidal de première espèce $\pi_1$

A température ambiante, le glissement pyramidal de première espèce  $\langle a \rangle \pi_1$ , bien que moins fréquent que le glissement prismatique, est observé dès les faibles niveaux de déformation plastique pour la direction de chargement équibiaxée (figure IV.5). Il a été identifié en tant que glissement simple (figure IV.12) et pas seulement comme système de glissement dévié, bien que ce mécanisme soit actif dès 20 °C. Ce mode de déformation a déjà été relaté dans Ti- $\alpha$  (Farenc 1993) et plus récemment dans le Zircaloy-4 (Regnard *et al.* 1995). Au vu de la teneur en oxygène de l'alliage, il n'est pas surprenant que ce glissement soit actif ; en effet les cisssions critiques de  $\langle a \rangle \pi_1$  et  $\langle a \rangle P$  doivent être assez proches (cf. chapitre I). Il est donc raisonnable de penser que seule l'orientation du grain vis-à-vis des axes de sollicitation détermine l'activation de  $\langle a \rangle \pi_1$ . Cette dernière remarque semble être confirmée par le fait que, pour 1 % de déformation plastique, ce glissement est uniquement observé pour la sollicitation équibiaxée. Dès 4 %,  $\langle a \rangle \pi_1$  est actif dans plus de 30 % des grains, quelle que soit la direction de chargement (figure IV.5).

A 350 °C, le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  se généralise aux trois directions de chargement étudiées dès 1 % de déformation (il reste cependant moins actif dans la direction axiale). Cet effet est probablement associé à la baisse, avec la température, des rapports de cisssion critique entre le glissement prismatique et les glissements secondaires (cf. chapitre I).

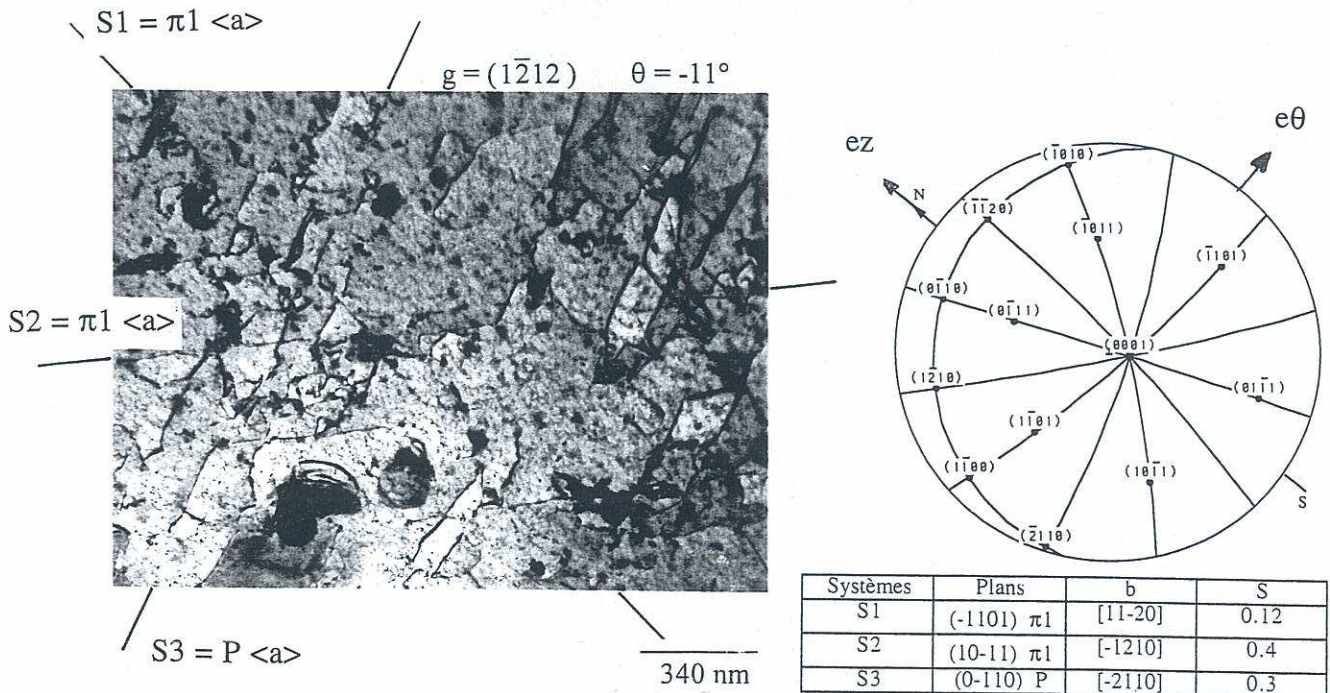
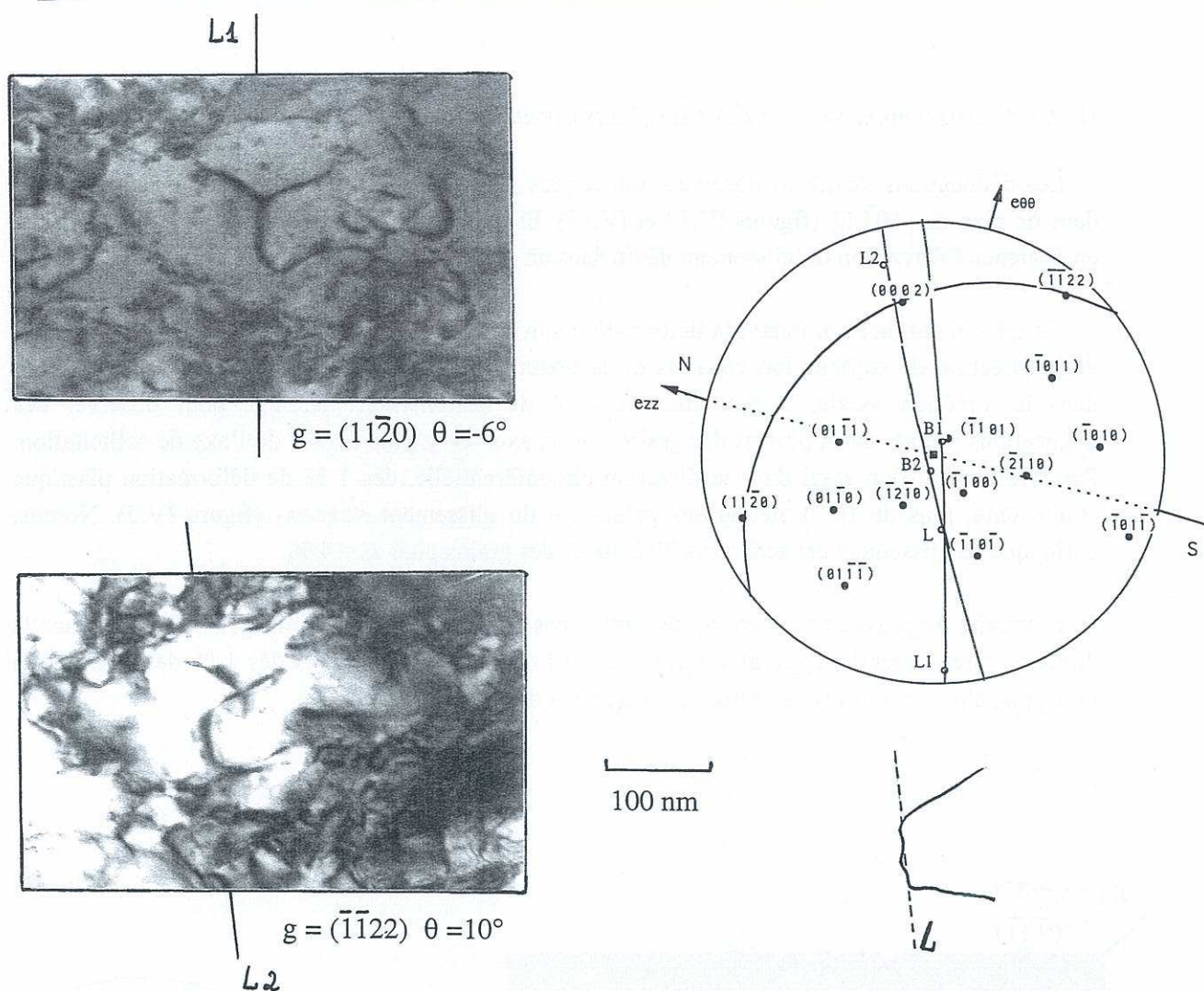


Figure IV.12 : Activation d'un système de glissement prismatique  $\langle a \rangle P$  et de deux systèmes de glissement pyramidal  $\langle a \rangle \pi_1$  ( $S$  = facteur de Schmid) ; écrouissage à 20 °C ( $\varepsilon_p = 1$  %).

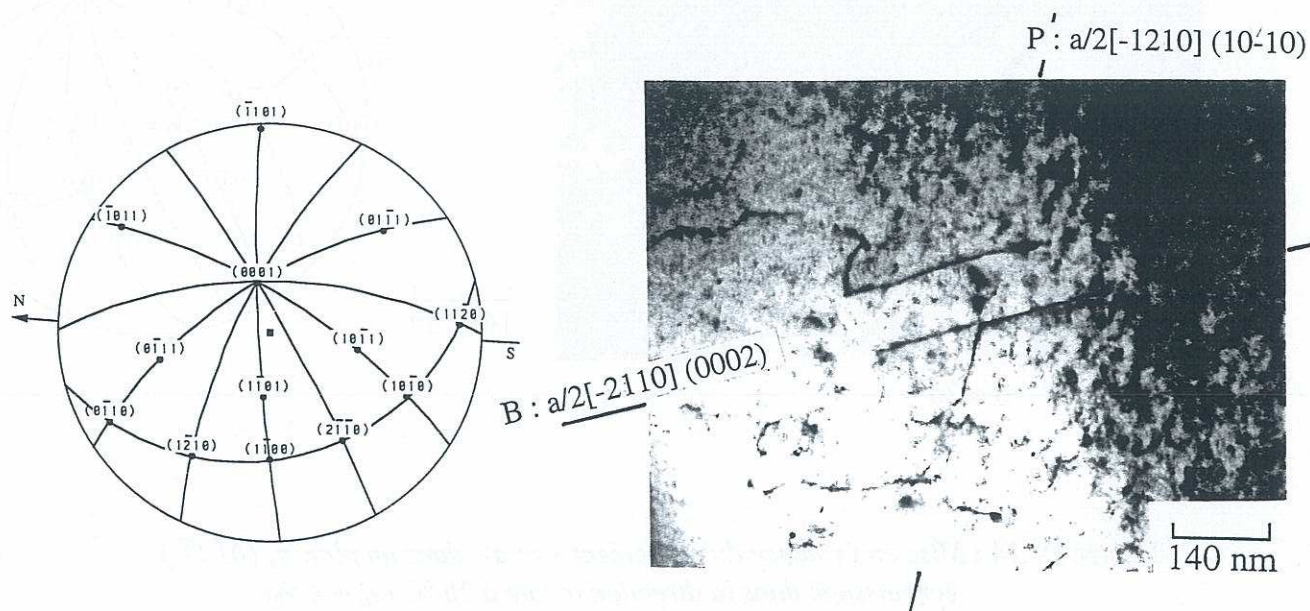
#### IV.2.3.2 Glissement $\langle a \rangle$ dans le plan de base B

Ce glissement, bien que moins fréquent que les deux précédents (moins de 20 % des grains à 20 et 350 °C pour  $\varepsilon_p \leq 4$  %), est généralement observé pour les niveaux de déformation les plus élevés à 20 °C (figures IV.5 et IV.13) et dès 1 % à 350 °C. Sa faible activité semble être essentiellement associée à la valeur élevée de sa cisssion critique par rapport à celle du glissement prismatique.





a) Identification du glissement basal de type  $\langle a \rangle : b = a/3 [11\bar{2}0]$ .



b) Interaction entre une dislocation  $\langle a \rangle$  glissant dans le plan de base et une dislocation  $\langle a \rangle$  glissant dans un plan prismatique

Figure IV.13 : Mise en évidence du glissement  $\langle a \rangle$  dans les plans de base ; écrouissage dans la direction axiale à  $20^\circ\text{C}$  ( $\epsilon_p = 4\%$ ).

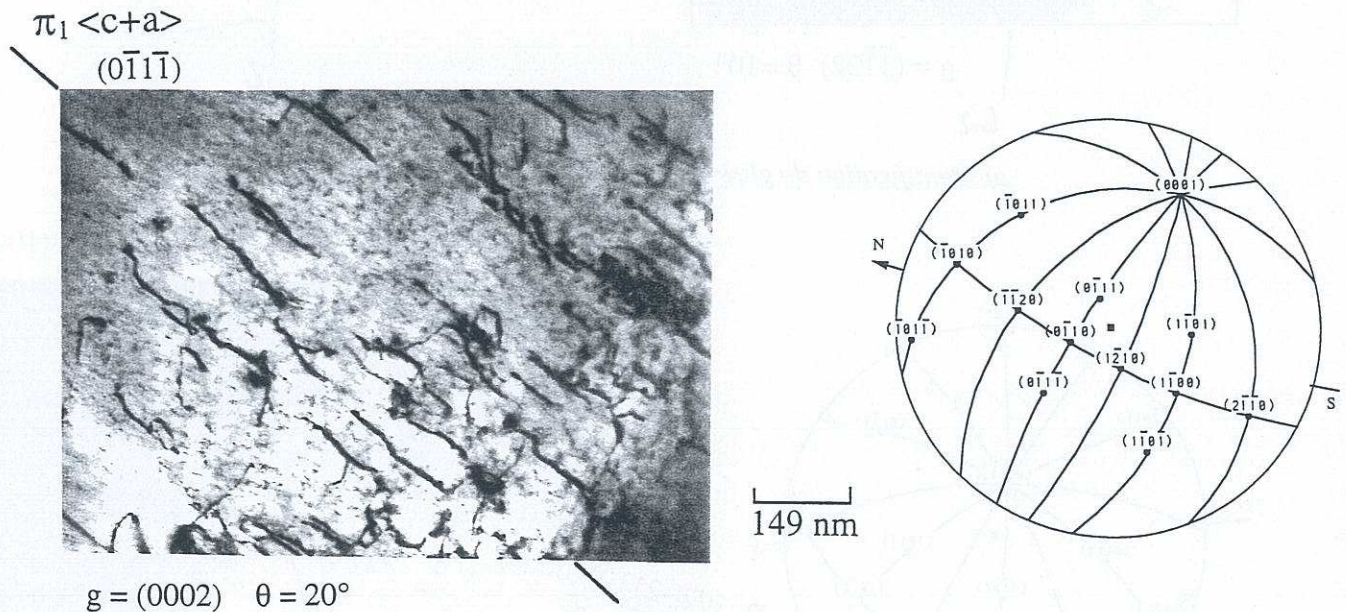


#### IV.2.3.3 Glissement $\langle c+a \rangle$ dans les plans pyramidaux

Les dislocations  $\langle c+a \rangle \pi_1$  observées ont le plus souvent un caractère mixte et sont contenues dans un plan  $\pi_1 \{10\bar{1}1\}$  (figures IV.14 et IV.15). Elles sont, de plus, très sinueuses, mettant ainsi en évidence l'activation du glissement dévié dans un plan  $\pi_1$  (figure IV.15).

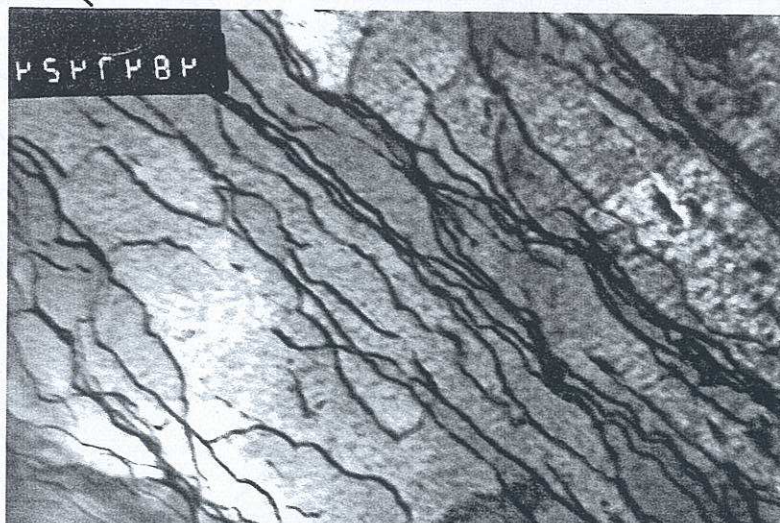
Ce glissement, accommodant la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ , est très sensible à l'orientation de la direction de sollicitation vis-à-vis de la texture (figure IV.5). A 20 °C, lors d'une traction dans la direction axiale, il faut attendre 4 % de déformation plastique pour observer des dislocations  $\langle c+a \rangle$  car la plupart des grains ont un axe  $\langle c \rangle$  à plus de 70° de l'axe de sollicitation. Par contre, lors d'un essai dans la direction circonférentielle, dès 1 % de déformation plastique équivalente, plus de 10 % des grains présentent du glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  (figure IV.5). Notons, enfin, que ce glissement est actif dans 20 à 40 % des grains pour  $\varepsilon_p = 4 \%$ .

L'activité du glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  ne semble pas affectée par la température. A 350 °C, dans la direction circonférentielle, ce glissement est actif dans 15 % des grains dès 1 % de déformation plastique, alors qu'il n'est pas actif dans les autres directions.

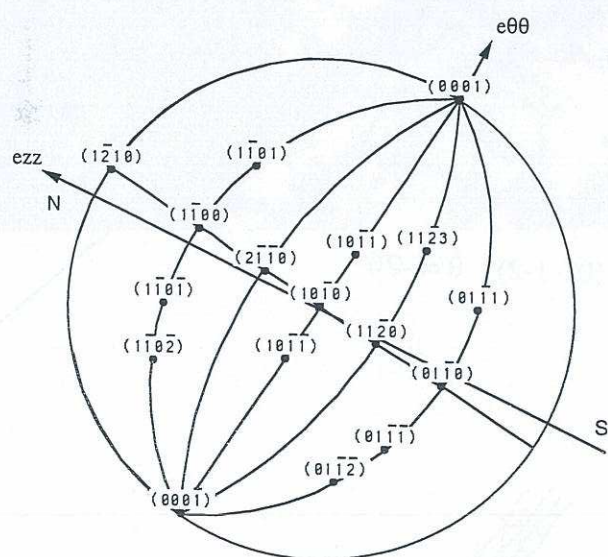


**Figure IV.14 :** Mise en évidence du glissement  $\langle c+a \rangle$  dans un plan  $\pi_1 (0\bar{1}1\bar{1})$  ; écoulement dans la direction axiale à 20 °C ( $\varepsilon_p = 4 \%$ ).



$11 \in (01-1-1)$ 
 $(10-1-1) \pi_1$ 
 $12 \in (10-1-1)$ 


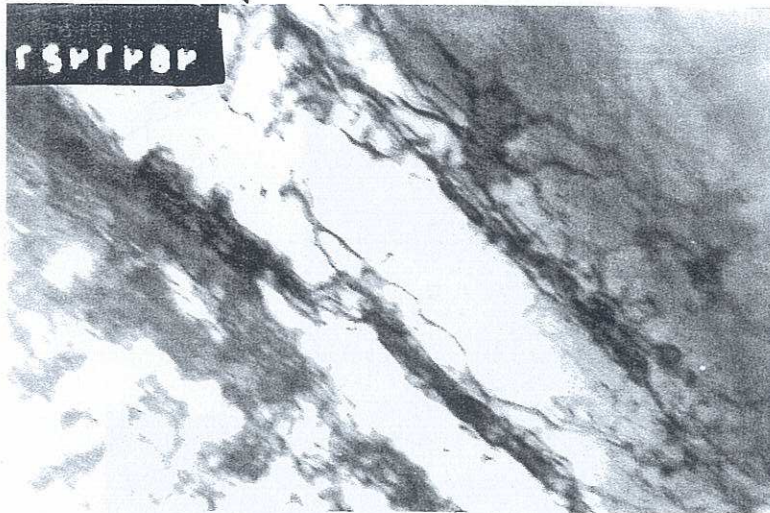
230 nm


 vecteur de Burgers :  $b=a/6[11-23]$ 

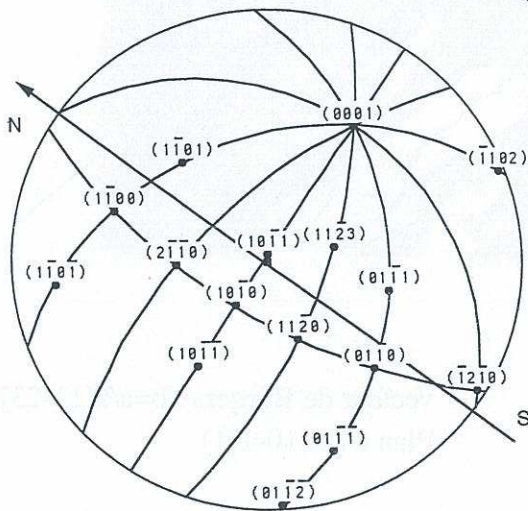
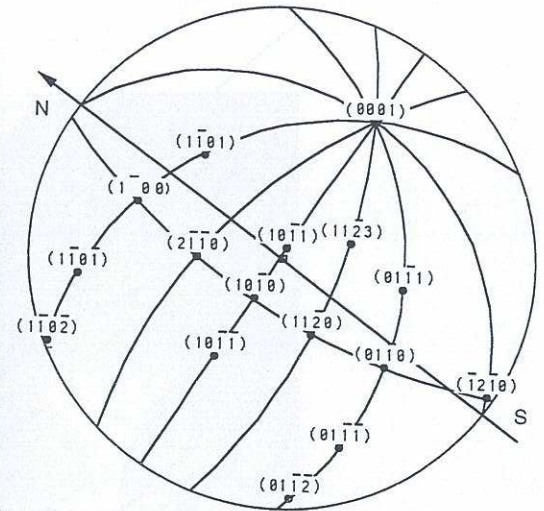
 Plan  $\pi_1$  :  $(10-1-1)$ 

**Figure IV.15 :** Structures de murs de dislocations de types  $\langle a \rangle$  et  $\langle c+a \rangle$  ;  
écrouissage dans la direction équi-biaxée à 20°C ( $\epsilon_p = 4\%$ ).

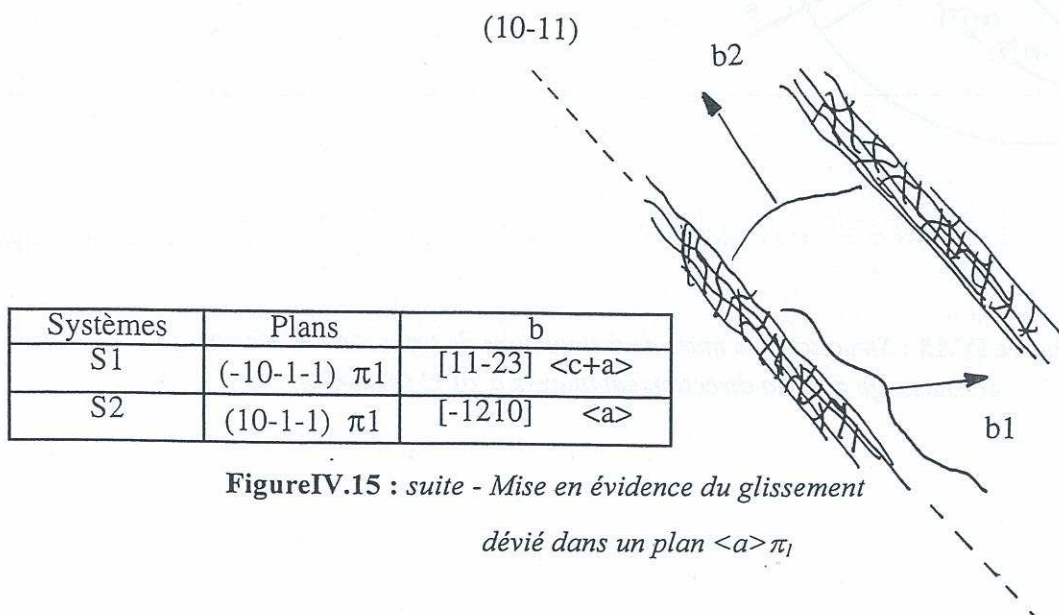




$$g = (1-10-2) \quad \theta = -23^\circ$$



$$g = (01-1-2) \quad \theta = -26^\circ$$

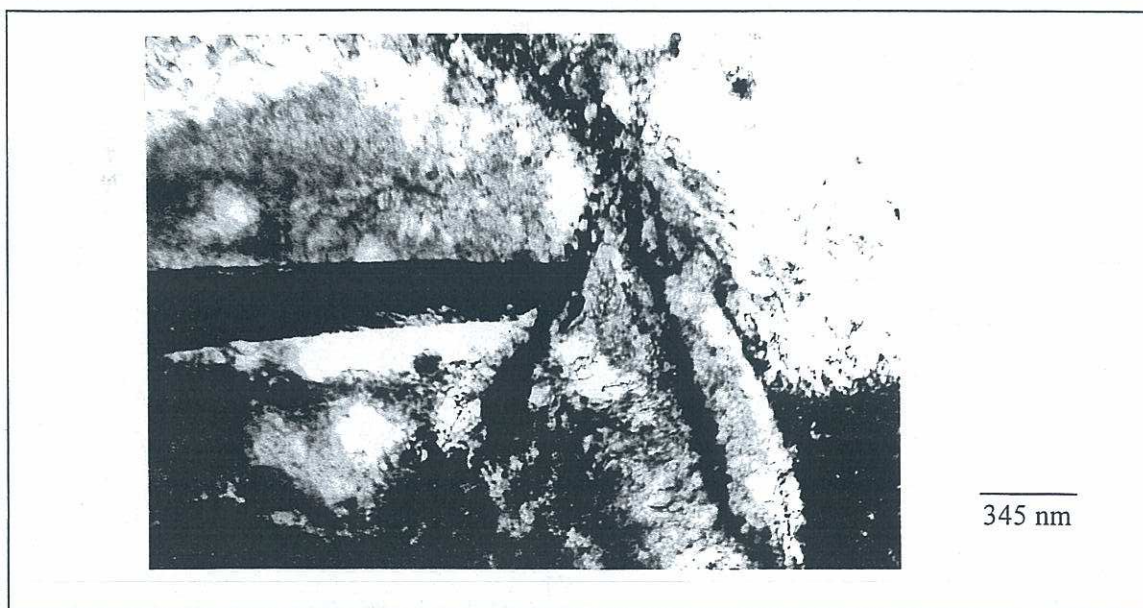




#### IV.2.4 Mode de maclage

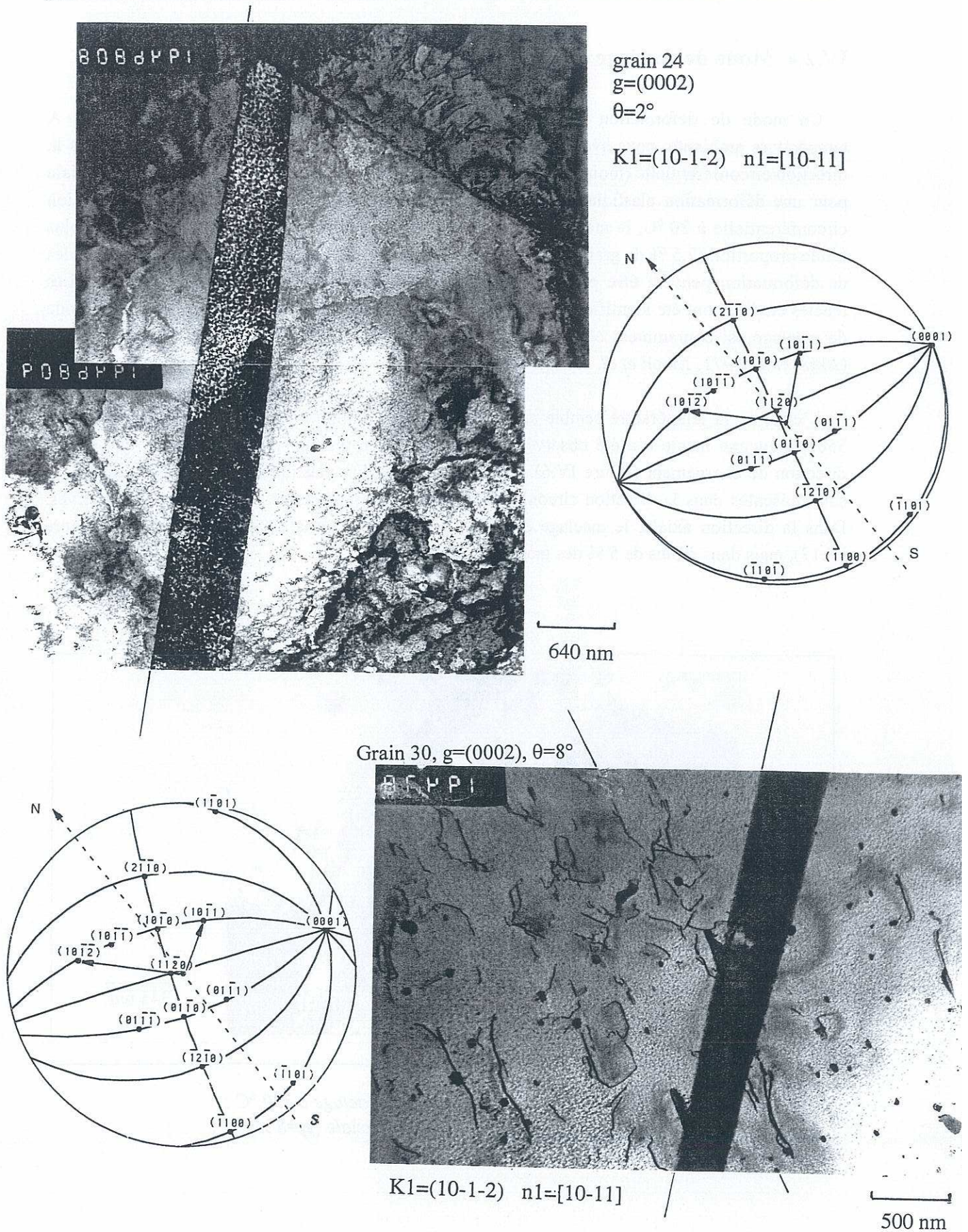
Ce mode de déformation peut aussi accommoder la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ . A température ambiante, nous avons observé le maclage uniquement pour les chargements dans la direction circonférentielle (moins de 15 % des grains maclés) et en traction dans la direction axiale pour une déformation plastique de 14 % (moins de 6 % des grains maclés). Dans la direction circonférentielle à 20 °C, le maclage est présent dès 1 % de déformation plastique, mais en plus faible proportion (7,5 % de grains) que le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  (12,5 % de grains). Ces deux modes de déformation peuvent être présents ou non simultanément dans un grain (figure IV.16). Les macles étudiées ont été identifiées comme étant de type  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$  (figure IV.16). Ce mode de maclage est couramment observé dans le titane- $\alpha$  et le zirconium- $\alpha$  à température ambiante (Aktor *et al.* 1971, Xiaoli *et al.* 1993).

L'effet de la température semble se traduire par une diminution de l'activité du maclage : à 350 °C, aucune macle n'a été observée après 1 % de déformation plastique, quelle que soit la direction de chargement (figure IV.6). Pour une déformation plastique de 4 %, quelques macles sont présentes dans la direction circonférentielle, mais dans moins de 10 % des grains observés. Dans la direction axiale, le maclage est activé pour une déformation plastique de 8 % (figure IV.17), mais dans moins de 5 % des grains étudiés.



**Figure IV.17 :** Observation du maclage à 350 °C ;  
écrouissage dans la direction axiale ( $\epsilon_p = 8\%$ ).





**Figure IV.16 :** Macles lenticulaires de type  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$  ; écrouissage dans la direction circonférentielle à  $20^\circ\text{C}$  ( $\varepsilon_p = 4\%$ ).

- a) La déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$  est accommodée uniquement par maillage  
 (b) Interaction maillage / dislocations de type  $\langle c+a \rangle$



## IV.2.5 Multiplicité du glissement

La multiplicité du glissement, c'est-à-dire l'activation simultanée de plusieurs systèmes de glissement dans un même grain, est représentée sur les figures IV.18 et 19. Pour  $\varepsilon_p = 1\%$ , une majorité de grains présente moins de deux systèmes de glissement quelles que soient la température et la direction de chargement. Par contre, à 4 % de déformation plastique, plus de 5 systèmes de glissement peuvent être observés dans certains grains. De plus, à ce niveau de déformation dans la direction équibiaxée, la plus grande proportion de grains présente 3 systèmes de glissement, contrairement aux deux autres rapports de biaxialité où la plus grande proportion de grains présente seulement 2 systèmes de glissement. Dans l'ensemble, l'effet de température est assez peu sensible.

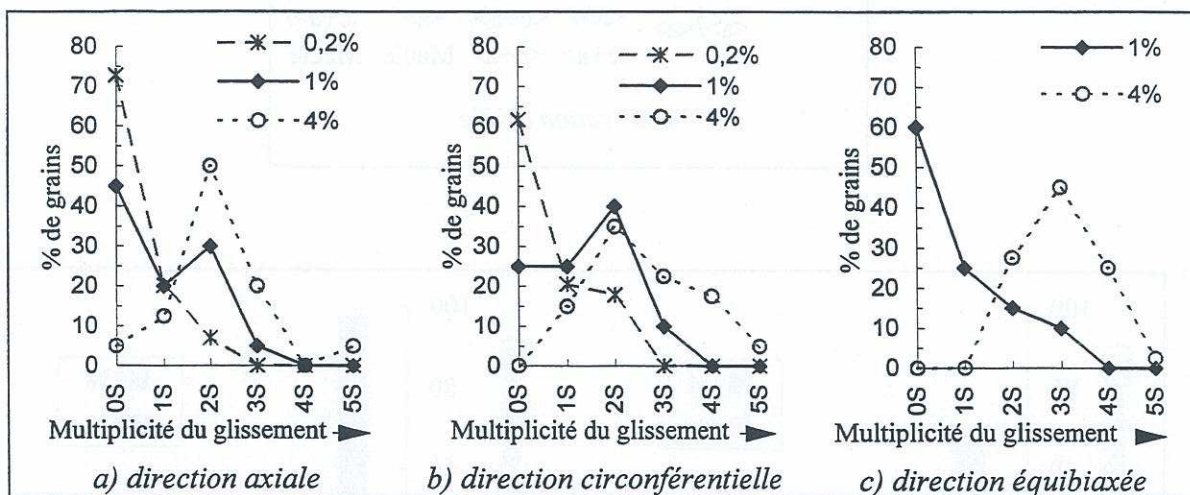


Figure IV.18 : Multiplicité du glissement en fonction du niveau de déformation plastique à 20 °C pour les trois directions de sollicitations étudiées.

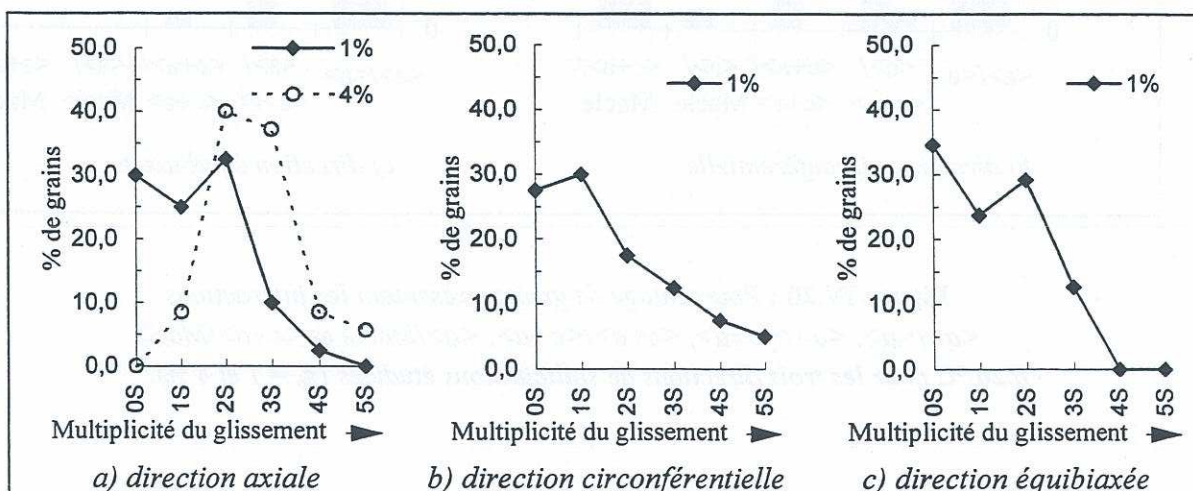
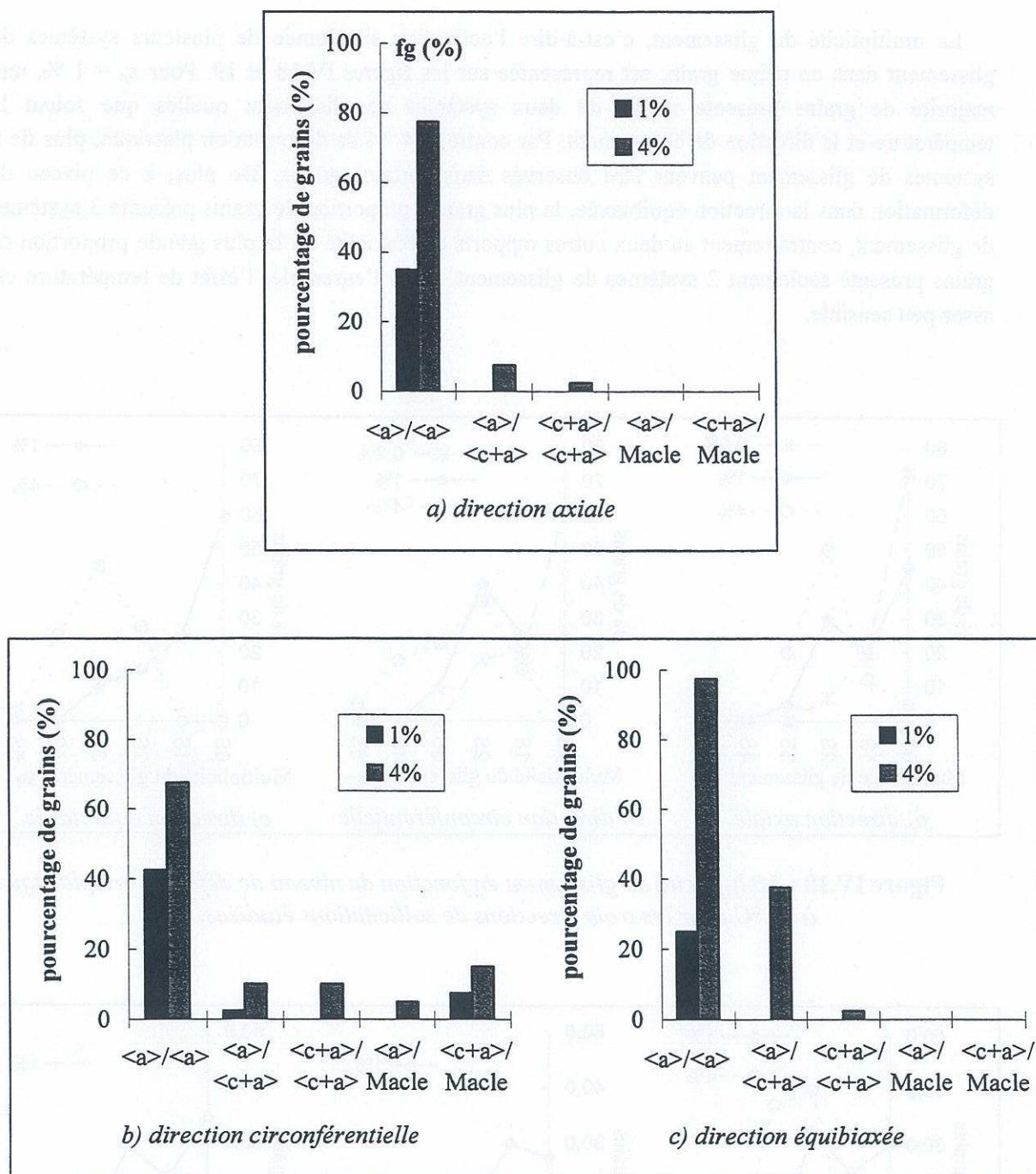


Figure IV.19 : Multiplicité du glissement en fonction du niveau de déformation plastique à 350 °C pour les trois directions de sollicitations étudiées.





**Figure IV.20 : Pourcentage de grains présentant les interactions  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$ ,  $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ ,  $\langle c+a \rangle / \langle c+a \rangle$ ,  $\langle a \rangle / \text{Macle}$  et  $\langle c+a \rangle / \text{Macle}$  à 20 °C pour les trois directions de sollicitations étudiées ( $\varepsilon_p = 1$  et 4 %).**

## IV.2.6 Interaction entre systèmes de glissement

L'interaction entre les dislocations de différents systèmes de glissement pouvant être à l'origine d'un écrouissage qualifié de *latent*, nous avons étudié la fréquence de présence des différentes interactions possibles (figures IV.20 à 20 °C et IV.21 à 350 °C). Les interactions de type  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$  sont les plus souvent observées et dans une moindre mesure l'interaction  $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ .

A 20 °C, pour 1 % de déformation plastique, les interactions  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$  sont moins fréquentes dans la direction équibiaxée (direction la plus *dure*) ; l'effet s'inverse à 4 %. C'est aussi dans cette direction que l'interaction  $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$  est la plus fréquente à 4 % de déformation.

A 350 °C, pour 1 % de déformation plastique, les résultats sont similaires pour les trois directions de chargement. Dans la direction axiale, les résultats sont similaires aux deux températures.

Notons que l'interaction  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$  conduit parfois à la formation de structures s'apparentant à un sous-joint de torsion (interaction attractive) contenu dans le plan de base. La figure IV.22 présente un réseau de dislocations en cours de formation qui s'apparente à un sous-joint de torsion à deux familles de dislocations vis contenues dans le plan de base. Cette structure résulte de l'interaction entre un glissement prismatique  $\langle a \rangle P$  et un glissement pyramidal  $\langle a \rangle \pi_1$ .

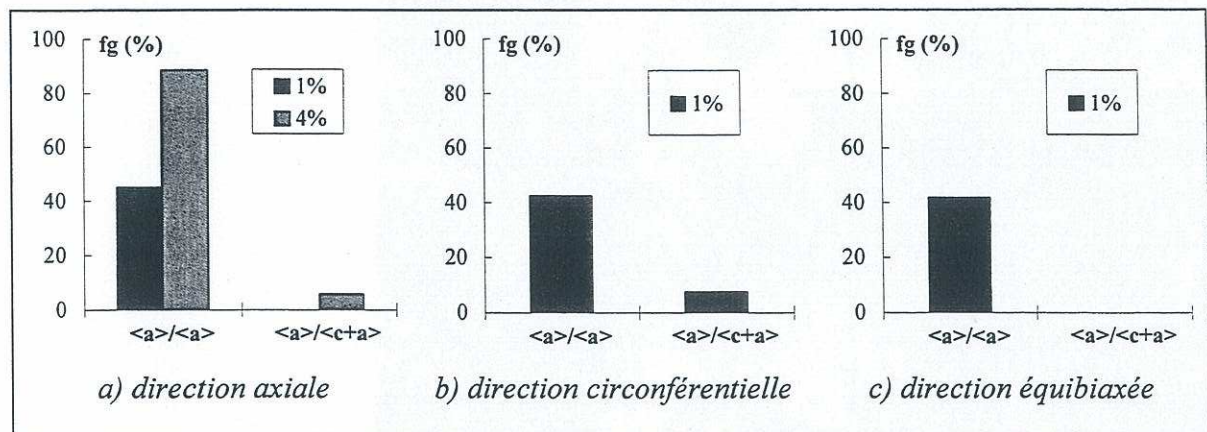
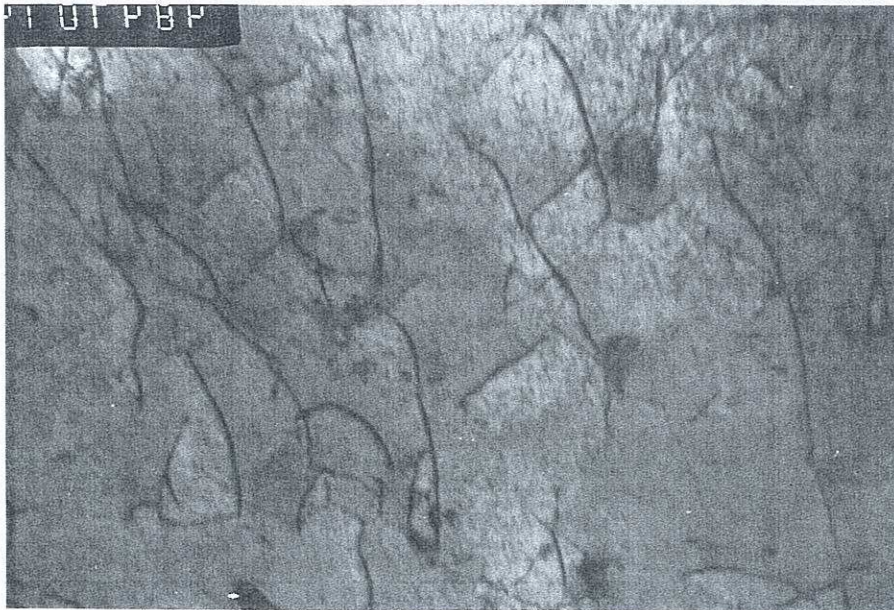


Figure IV.21 : Pourcentage de grains présentant les interactions  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$  et  $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ , à 350 °C pour les trois directions de sollicitation étudiées ( $\varepsilon_p = 1$  et 4 %).

## IV.2.7 Influence de l'orientation des grains sur les modes de déformation activés

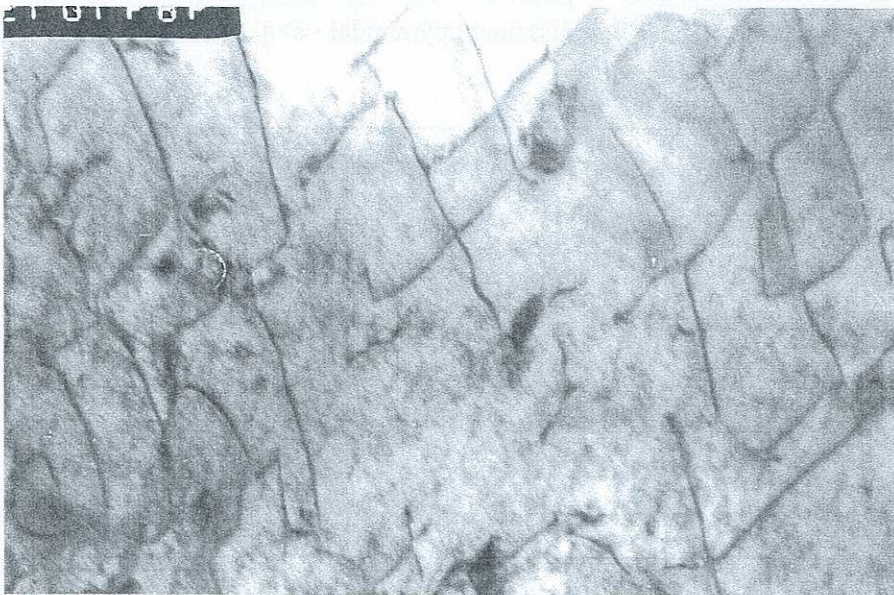
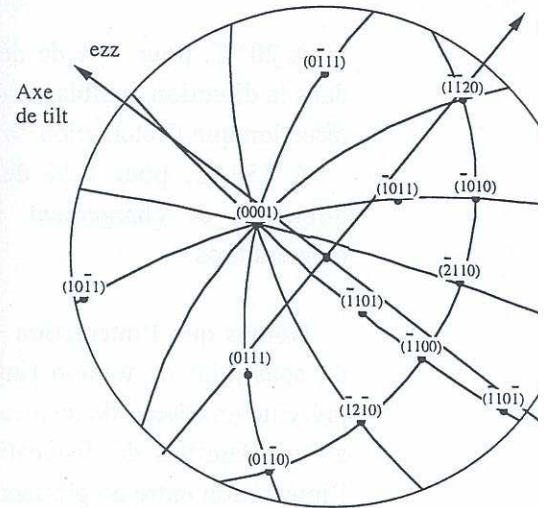
L'activation des différents modes de déformation a été étudiée en fonction de l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  dans la fibre de la texture. Cette orientation est repérée par l'angle  $\phi$  entre l'axe  $\langle c \rangle$  des grains et la direction radiale des tubes  $e_r$ . Quelle que soit la direction de chargement et le niveau de déformation plastique, l'activation des modes de déformation est fonction de l'angle  $\phi$  (cf. annexe A-III). En particulier dans la direction circonférentielle, le maillage comme le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  sont activés dans des grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche de la direction  $e_\theta$  ( $\phi > 45^\circ$ ).





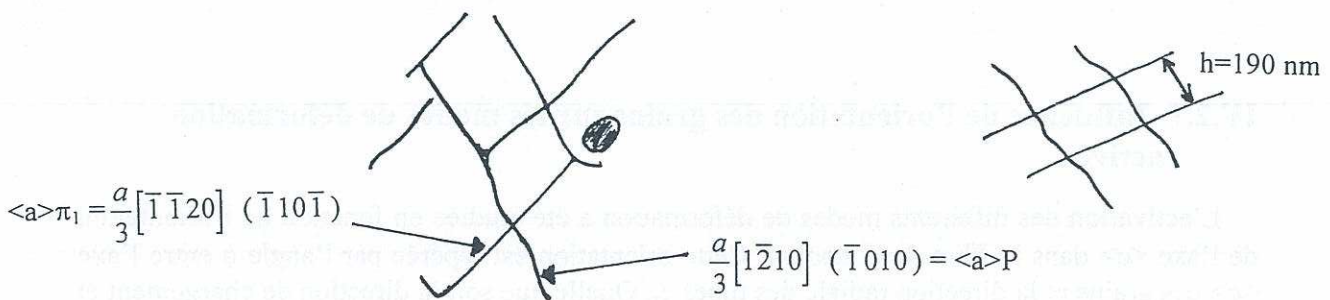
192 nm

$$g = (\bar{1}0\bar{1}0) \quad \theta = -31^\circ$$



192 nm

$$g = (\bar{1}\bar{1}20) \quad \theta = 10^\circ$$



**Figure IV.22 :** Interaction  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$  : formation d'une structure s'apparentant à un sous-joint de torsion ; écrouissage à 20°C dans la direction  $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta} = 0,625$  ( $\epsilon_p = 0,1\%$ ).

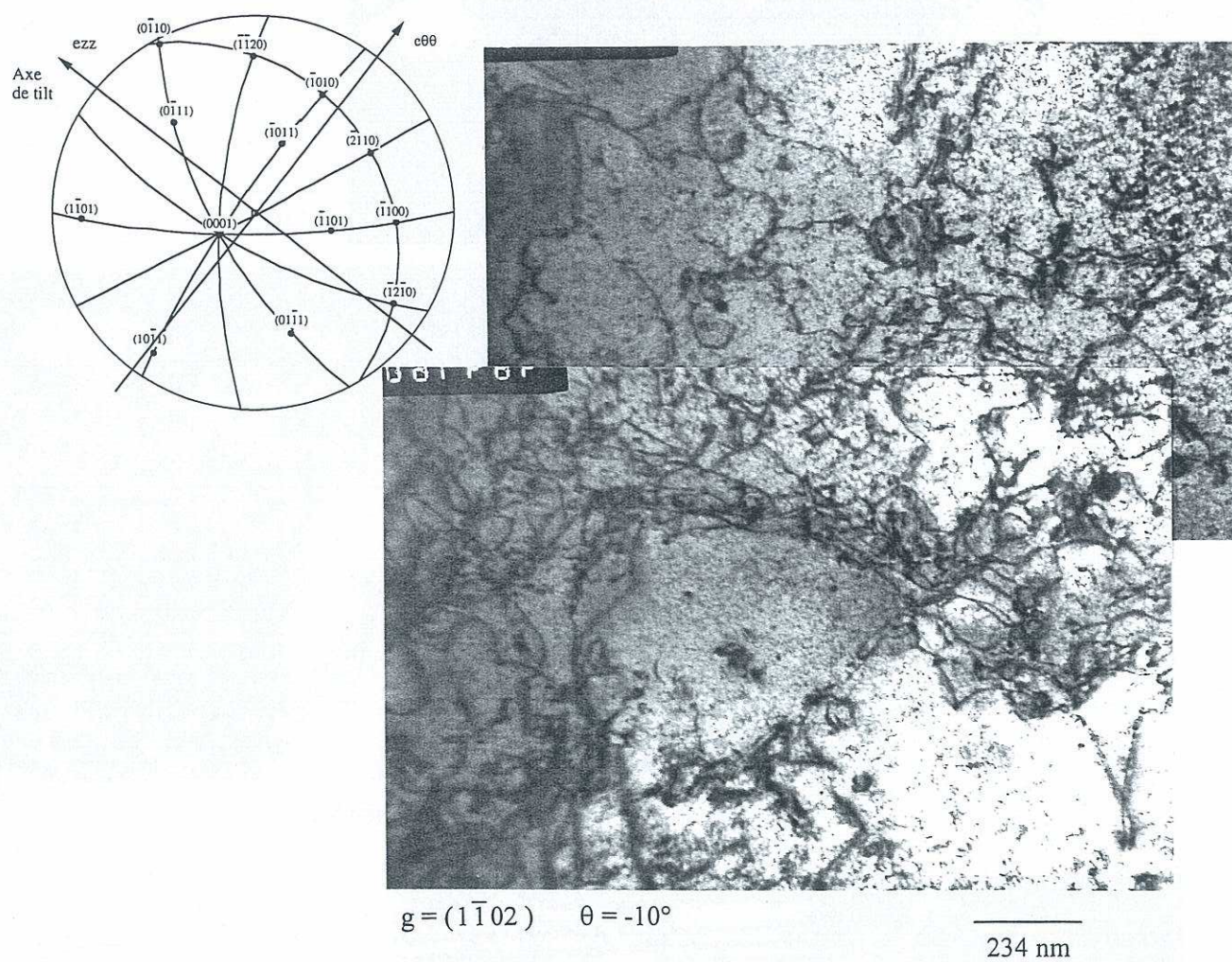






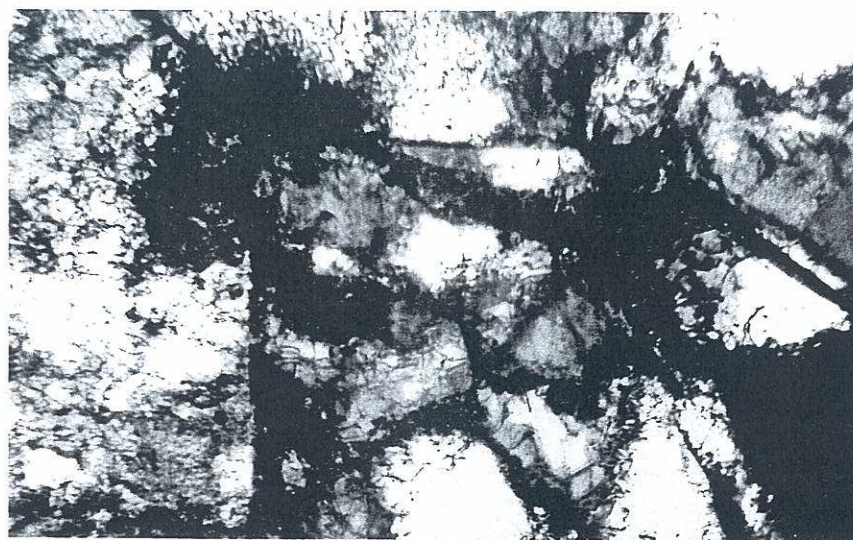




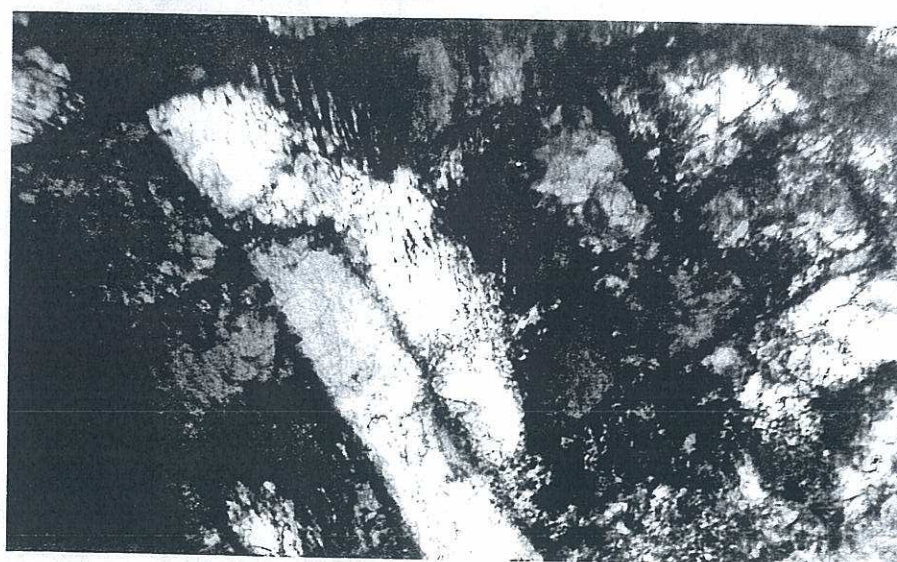


**Figure IV.25 :** *Structure cellulaire en cours de formation écouissage dans la direction axiale à 350°C,  $\varepsilon_p = 4\%$ .*





(a)



680 nm

(b)

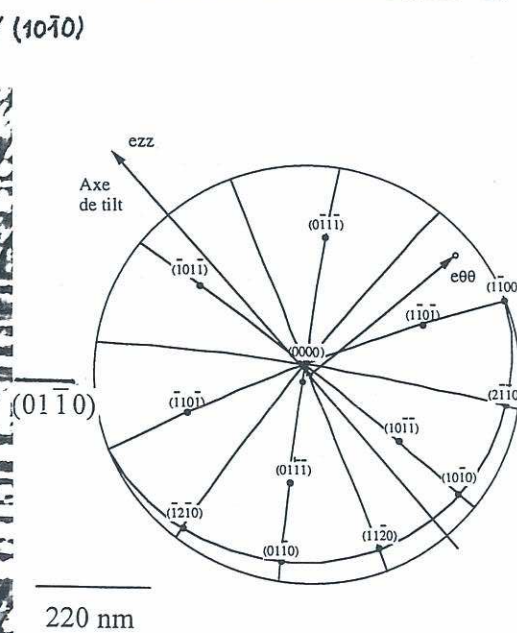
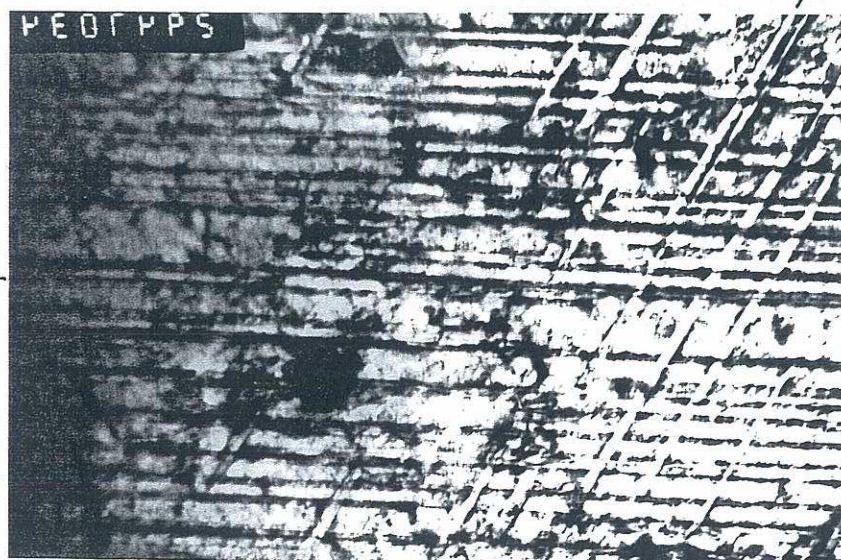


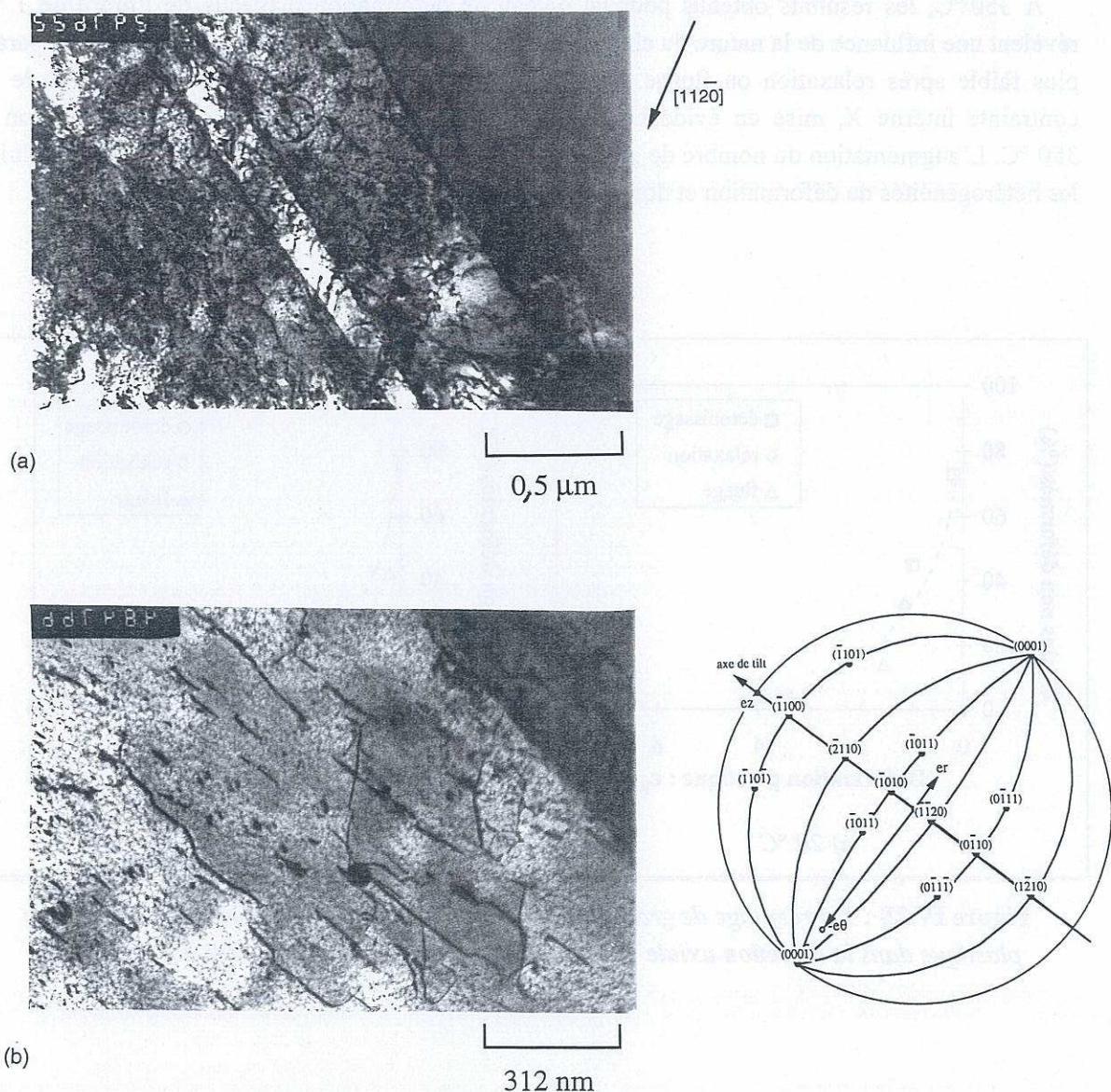
Figure IV.26 : Structures cellulaires(a) et structures de côte de velours (b) ; écouissage dans la direction axiale à 350°C,  $\varepsilon_p = 8\%$ .



### IV.3 MODES DE DEFORMATION ASSOCIES AUX ESSAIS DE FLUAGE ET DE RELAXATION

Les systèmes de glissements observés après fluage ou relaxation ne sont pas différents de ceux observés après écrouissage. Le glissement prismatique reste le glissement principal et le maclage est toujours peu observé. Le glissement dévié est abondant à 350°C. La figure IV.27 présente du maclage et du glissement  $\langle c+a \rangle$  après un essai d'écrouissage relaxation à 350°C dans la direction circonférentielle ( $\epsilon_p = 4\%$  en fin de relaxation).

La différence avec les essais d'écrouissage se situe dans les structures de dislocations qui peuvent se former après fluage ou relaxation.



**Figure IV.27 :** Mise en évidence du maclage (a) et du glissement  $\langle c+a \rangle$  dans un plan  $(\bar{1}01\bar{1})$  (b) écrouissage relaxation dans la direction circonférentielle à 350°C,  $\epsilon_p = 4\%$ .

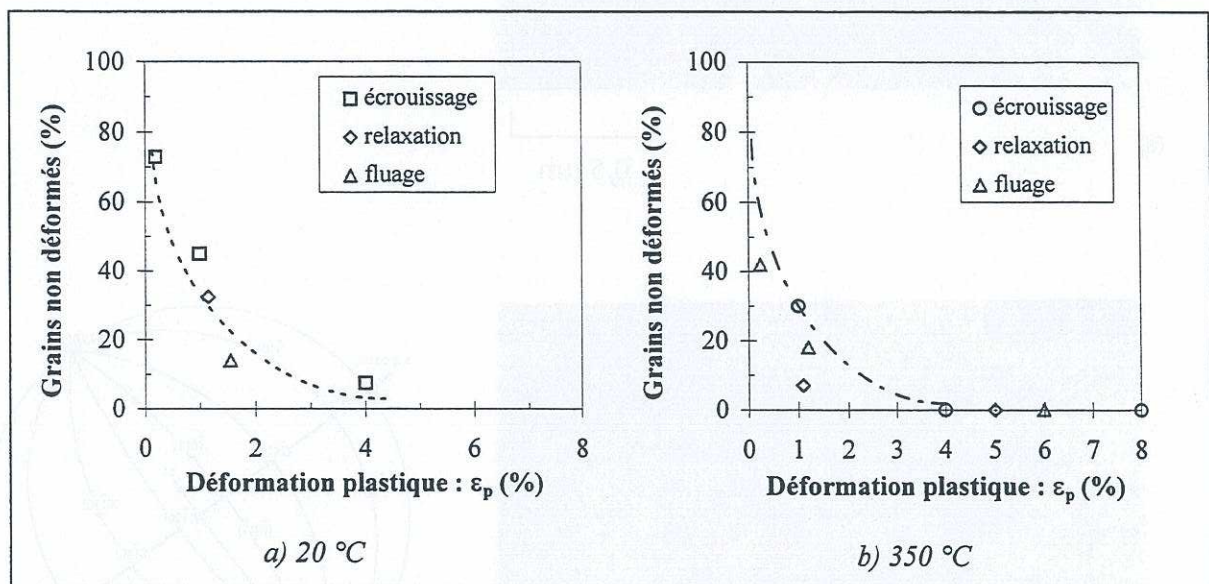


### IV.3.1 Grains non déformés

Les essais de fluage et de relaxation se différencient de l'essai d'écroutissage notamment par la durée de maintien en charge. Les premières comparaisons des résultats d'observations en MET entre ces différents essais ont porté sur le pourcentage de grains non déformés en fonction du niveau de déformation plastique. Les résultats obtenus dans la direction axiale sont reportés sur les figures IV.28 a et b respectivement pour 20 et 350 °C.

A 20 °C, en tenant compte d'une incertitude<sup>2</sup> de l'ordre de 10 %, il est aisé de tracer une seule courbe sur l'ensemble des points expérimentaux. Cela signifie que la nature du chargement (écroutissage, relaxation ou fluage) ne semble pas avoir d'effet sur les mécanismes de déformation : le pourcentage de grains non déformés est directement relié au niveau de déformation plastique.

A 350 °C, les résultats obtenus pour un niveau de déformation plastique de l'ordre de 1 % révèlent une influence de la nature du chargement : le pourcentage de grains non déformés apparaît plus faible après relaxation ou fluage. Ce résultat peut être directement relié à la baisse de la contrainte interne  $X_i$  mise en évidence au chapitre précédent lors des phases de relaxation à 350 °C. L'augmentation du nombre de grains déformés au cours de la relaxation permet de réduire les hétérogénéités de déformation et donc d'abaisser la contrainte interne intergranulaire.



**Figure IV.28 :** Pourcentage de grains non déformés en fonction du niveau de déformation plastique dans la *direction axiale* : influence de la nature du chargement à 20 et 350 °C.

<sup>2</sup> De nombreux paramètres influencent la précision des résultats : échantillonnage des grains, préparation de l'échantillon, opérateur... Seuls l'expérience acquise au cours de l'étude et l'ensemble des données obtenues nous permettent d'afficher l'ordre de grandeur de l'incertitude.



### IV.3.2 Structures développées lors des essais de fluage et de relaxation

A 20 °C, seuls quatre échantillons ont été observés en MET après fluage ou relaxation. Deux directions ont été étudiées (axiale et équibiaxée) pour des niveaux de déformation plastique équivalente inférieurs à 2 % (cf. tableau IV.1). Aucune trace de structuration n'a été mise en évidence sur ces échantillons (*déformation homogène dans l'ensemble des grains déformés*). Ce résultat est en accord avec les observations après écrouissage où quelques (rares) traces de structuration ont été observées à partir de 4 % de déformation. Il peut aussi être relié à la mise en évidence au chapitre précédent (à l'aide des volumes d'activation) de la présence d'un seul mécanisme de déformation à 20 °C et à l'absence de régime secondaire en fluage pour les niveaux de contrainte étudiés. De rares sous-joints de torsion en cours de formation dans le plan de base ont été néanmoins observés, en particulier lors d'un essai de relaxation dans la direction équibiaxée pour  $\varepsilon_p=1$  % (figure IV.29). La structure présentée sur la figure IV.29 résulte de l'interaction attractive de deux familles de dislocations vis de type  $\langle a \rangle P$ .

A 350 °C, des sous-joints en cours de formation (SJCF), des sous-joints (SJ) et des cellules de dislocations (CD) ont pu être observés en fonction du niveau de déformation plastique. Les résultats sont synthétisés dans le tableau IV.3 dans lequel on a également reporté les résultats après écrouissage donnés au chapitre précédent. Quel que soit le niveau de déformation plastique, les structures observées après fluage ou relaxation sont similaires et seront présentées conjointement par la suite.

$\varepsilon_p$ (%)	$\varepsilon_p^{\text{initial}}$ (%)	Grains non déformés : (%)	Structures observées*	Grains avec sous-joints (%)	mesh-size h (nm)	taille des cellules d (μm)	Type d'essai
0,25	0,1	42	SJCF	0			Fluage (100MPa)
1		30	DH	0			Traction
1,1	1	7	SJ	18,3	110	5	Relaxation
1,2	0,5	18	SJ	14	100±40	5	Fluage (140MPa)
4		0	Amas, SJ	rares		5	Traction
5	5	0	SJ, CD	100	50±20	1±0,4	Relaxation
6	1,5	0	SJ, CD	100	40±20	0,8±0,4	Fluage (180MPa)
8		0	SJ, CD, CV, Macles	100			Traction

\* DH = déformation homogène ; SJ = sous-joint ; SJCF = sous-joint en cours de formation  
CD = cellules de dislocations ; CV = côte de velours

**Tableau IV.3 : Synthèse des structures de déformation observées à 350 °C dans la direction axiale.**



A 350 °C, on distingue un début de formation d'amas dès les faibles niveaux de déformation ( $\varepsilon_p \approx 0,25$  %) (figure IV.30) contrairement aux essais d'écrouissage où la déformation reste homogène jusqu'à 1 % de déformation (cf. tableau IV.3).

Pour des taux de déformation légèrement supérieurs ( $\varepsilon_p \approx 1$  %), on observe quelques hélices résultant des mécanismes de double glissement dévié et de diffusion lacunaire. Ces mécanismes sont relatés habituellement pour des températures plus élevées. Ils ont été observés par Bourgeois (1996) à 500 °C sur du Ti- $\alpha/\beta$  et par Naka à 400 °C pour du Ti- $\alpha$  monocristallin. On observe encore de longues dislocations vis (différences de mobilité vis/coins) ainsi que la présence d'amas et de sous-joints en cours de formation (figures IV.31 et IV.32).

Quel que soit le niveau de déformation plastique, la plupart des sous-joints observés sont des sous-joints de torsion (figures IV.33 et IV.34). La figure IV.33 montre des sous-joints de torsion contenus dans le plan de base et constitués de deux glissements prismatiques.

Pour les niveaux de déformation plus élevés ( $\varepsilon_p \geq 4$  %), on observe des structures cellulaires (figures IV.34, IV.35 et IV.36) indifféremment après fluage ou relaxation.

Sur la figure IV.36 (essai de fluage à 180 MPa interrompu pour  $\varepsilon_p = 6$  %), on met clairement en évidence l'émission de dislocations à partir des sous-joints. La courbure des dislocations est l'image d'un état de contrainte interne  $X_i$  résiduel que l'on peut évaluer à partir du mécanisme proposé par Farenc *et al.* (1993). A partir d'une approximation en élasticité isotrope, la contrainte locale  $\tau_{loc}$  associée à la courbure d'une dislocation est donnée par la formulation suivante :

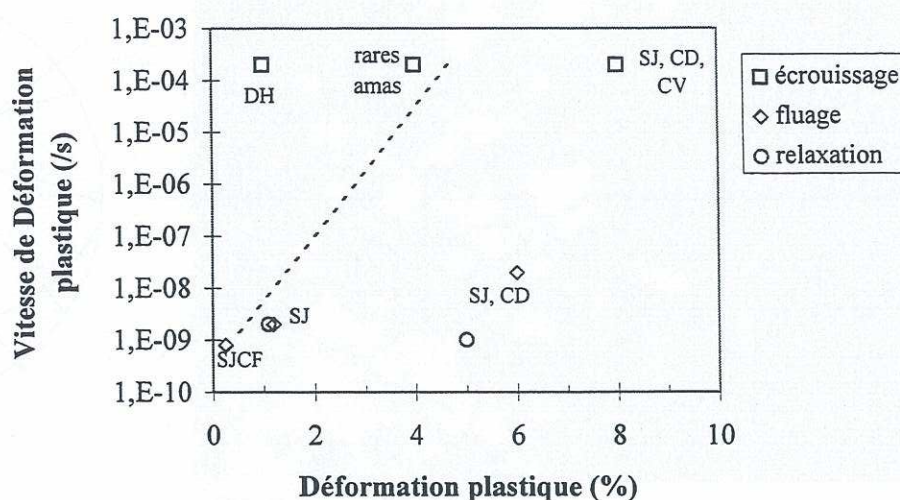
$$\tau_{loc} = \frac{\mu b}{R} \frac{1}{4\pi(1-\nu)} \ln \frac{R}{b}$$

avec R rayon de courbure de la dislocation ( $R=148$  nm),  $\mu$  module de cisaillement ( $\mu=39,8$  GPa),  $\nu$  coefficient de Poisson ( $\nu=0,34$ ) et b vecteur de Burgers (glissement de type  $\langle a \rangle \Rightarrow b=0,395$  nm).

Le calcul donne une valeur de contrainte locale  $\tau_{loc}$  de 25,7 MPa. En considérant un facteur  $M=4$  pour passer à l'échelle macroscopique (Derep *et al.* 1989), la valeur de contrainte interne  $X_i$  obtenue est de 103 MPa. Ce résultat est en accord avec les valeurs déterminées au chapitre précédent lors des essais de charge/décharge ( $X_i \sim 140$  MPa à 350 °C,  $\varepsilon_p=6$  %). Ceci nous conforte dans l'idée que l'état de contrainte interne est peu affecté par la préparation des lames minces. Les structures observées *post mortem* semblent donc bien représentatives de l'état interne du matériau.

De façon générale, le pourcentage de grains présentant des sous-joints augmente avec le niveau de déformation plastique et dépend aussi de la vitesse de déformation (phénomène de restauration par le temps). A partir de l'ensemble de nos résultats, la présence ou non de sous-joints est rapportée dans un graphe vitesse de déformation fonction du niveau de déformation plastique, sur la figure IV.37. Ce graphe montre que plus la vitesse de déformation plastique est élevée, plus la structuration est tardive. Il est cependant difficile de déterminer une transition claire par manque de résultats.





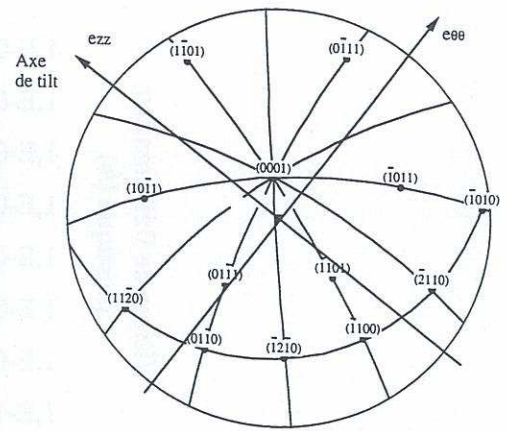
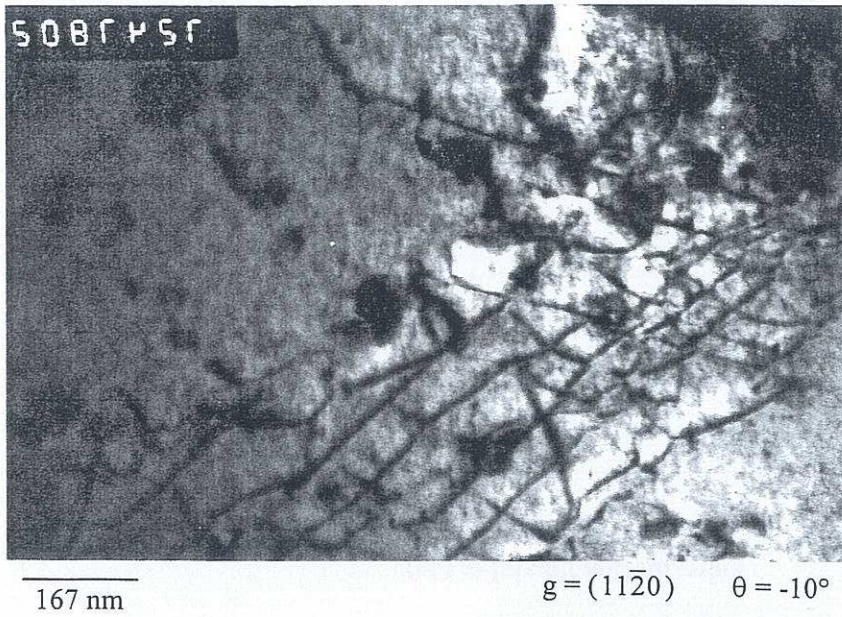
DH = déformation homogène ; SJ = sous-joint ; SJCF = sous-joint en cours de formation  
 CD = cellules de dislocations ; CV = côte de velours

**Figure IV.37 :** Microstructures de déformation observées en fonction de la vitesse et du niveau de déformation plastique à 350 °C.

Toujours à 350 °C, pour les niveaux de déformation plastique inférieurs à 4 % ( $\epsilon_p \leq 4$  %), moins de 20 % des grains présentent des sous-joints. Il faut atteindre plus de 5 % de déformation pour que ce type de structures soit généralisé à l'ensemble des grains. La taille moyenne du *mesh-size*  $h$  (distance moyenne inter-dislocations dans les sous-joints) et le diamètre moyen  $d$  des structures cellulaires observées ont été déterminés pour un nombre réduit de grains (environ 20 grains pour chaque configuration concernée). Ces deux paramètres diminuent lorsque le niveau de déformation plastique augmente (cf. tableau IV.3).

Les observations effectuées après un essai de **relaxation dans la direction circonférentielle** ( $\epsilon_p = 4$  %) ne permettent pas de déceler de différences notables par rapport à la direction axiale. En particulier, on observe toujours des sous-joints de torsion constitués essentiellement de dislocations de type  $\langle a \rangle$ . Les valeurs du *mesh-size*  $h$  et du diamètre moyen  $d$  des structures cellulaires sont comparables avec celles obtenues pour une sollicitation dans la direction axiale à niveau de déformation équivalent (58 % de grains présentant des cellules de dislocations et/ou des sous-joints,  $h = 45 \pm 20 \text{ nm}$  et  $d = 1,3 \pm 0,8 \mu\text{m}$ ).



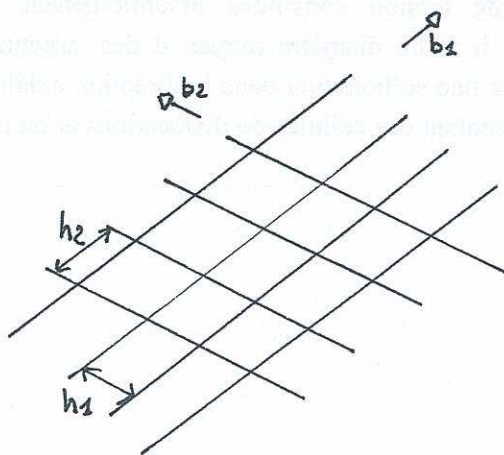
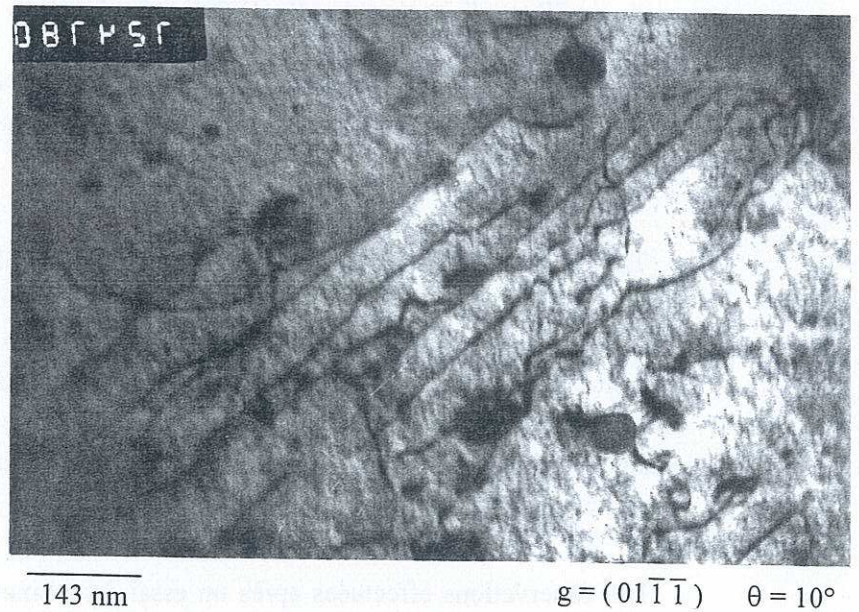


$$\bar{b}_1 = \frac{a}{3} [11\bar{2}0] \quad P_1(1\bar{1}00)$$

$$\bar{b}_2 = \frac{a}{3} [\bar{2}110] \quad P_1(01\bar{1}0)$$

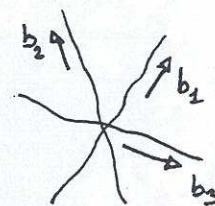
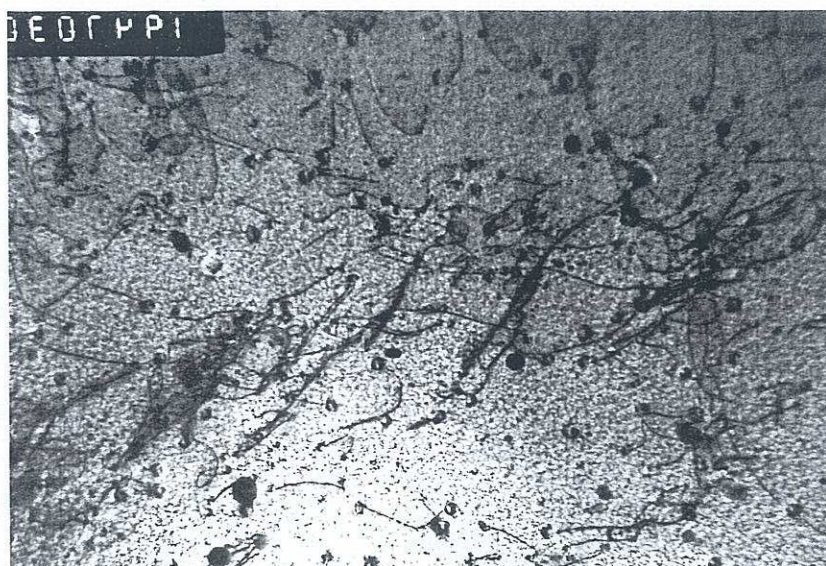
$$h_1 = 60 \text{ nm}$$

$$h_2 = 60 \text{ à } 110 \text{ nm}$$



**Figure IV.29 :** Sous-joint de torsion en cours de formation dans le plan de base, constitué de deux familles de dislocations vis  $\langle a \rangle P$  ; écoulement relaxation à 20°C dans la direction équiaxée ( $\epsilon_p = 1,2\%$ ).





$$S_1 = 0,08$$

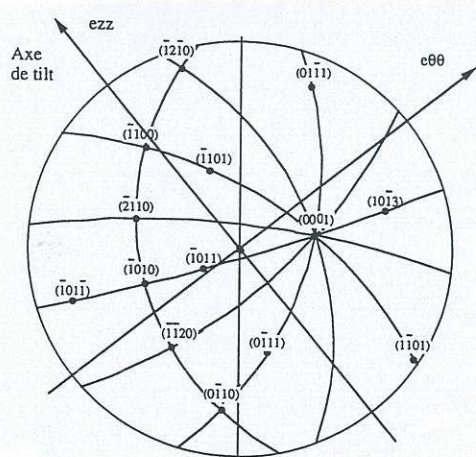
$$S_2 = 0,26$$

$$S_2 = 0,2$$

330 nm

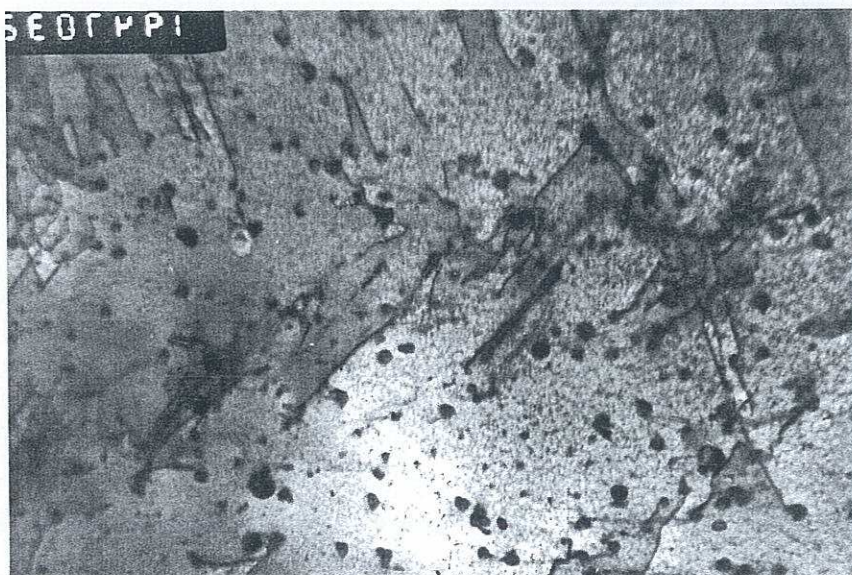
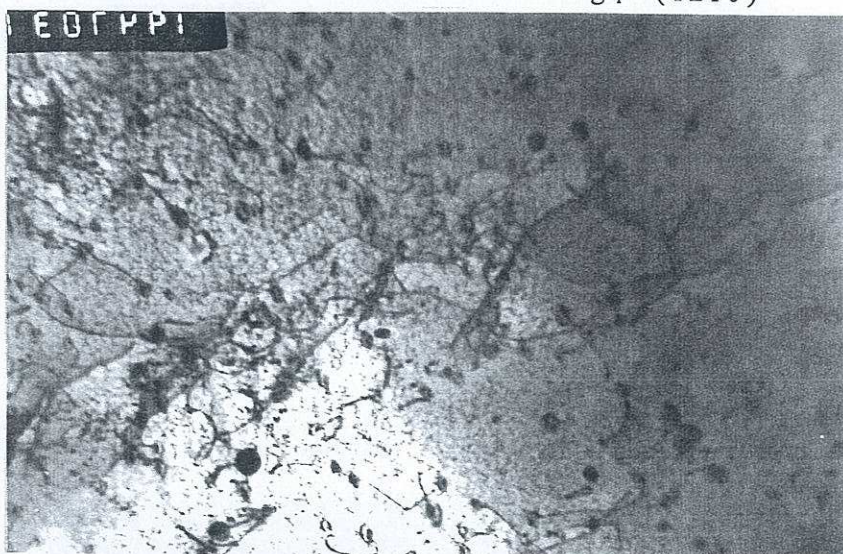
$$g_1 = (1\bar{1}01) \quad \theta = 5^\circ$$

$$g'_1 = (\bar{1}2\bar{1}0)$$



$$g_2 = (\bar{1}01\bar{3}) \quad \theta = 20^\circ$$

330 nm



b\g	g <sub>2</sub> ( $\bar{1}01\bar{3}$ )	g <sub>3</sub> ( $0\bar{1}10$ )
$\bar{b}_1$ [ $\bar{1}\bar{1}20$ ]	1	1
$\bar{b}_2$ [ $\bar{1}2\bar{1}0$ ]	0	1
$\bar{b}_3$ [ $\bar{2}110$ ]	1	0

330 nm

$$g_3 = (0\bar{1}10) \quad \theta = -22^\circ$$

**Figure IV.30 :** Identification des systèmes de glissement activés après un essai de fluage dans la direction axiale à 350 °C ( $\Sigma_{zz} = 100$  MPa,  $\varepsilon_p = 0,25$  %) ;  
Trois glissements de type  $\langle a \rangle$  dans le plan de base.



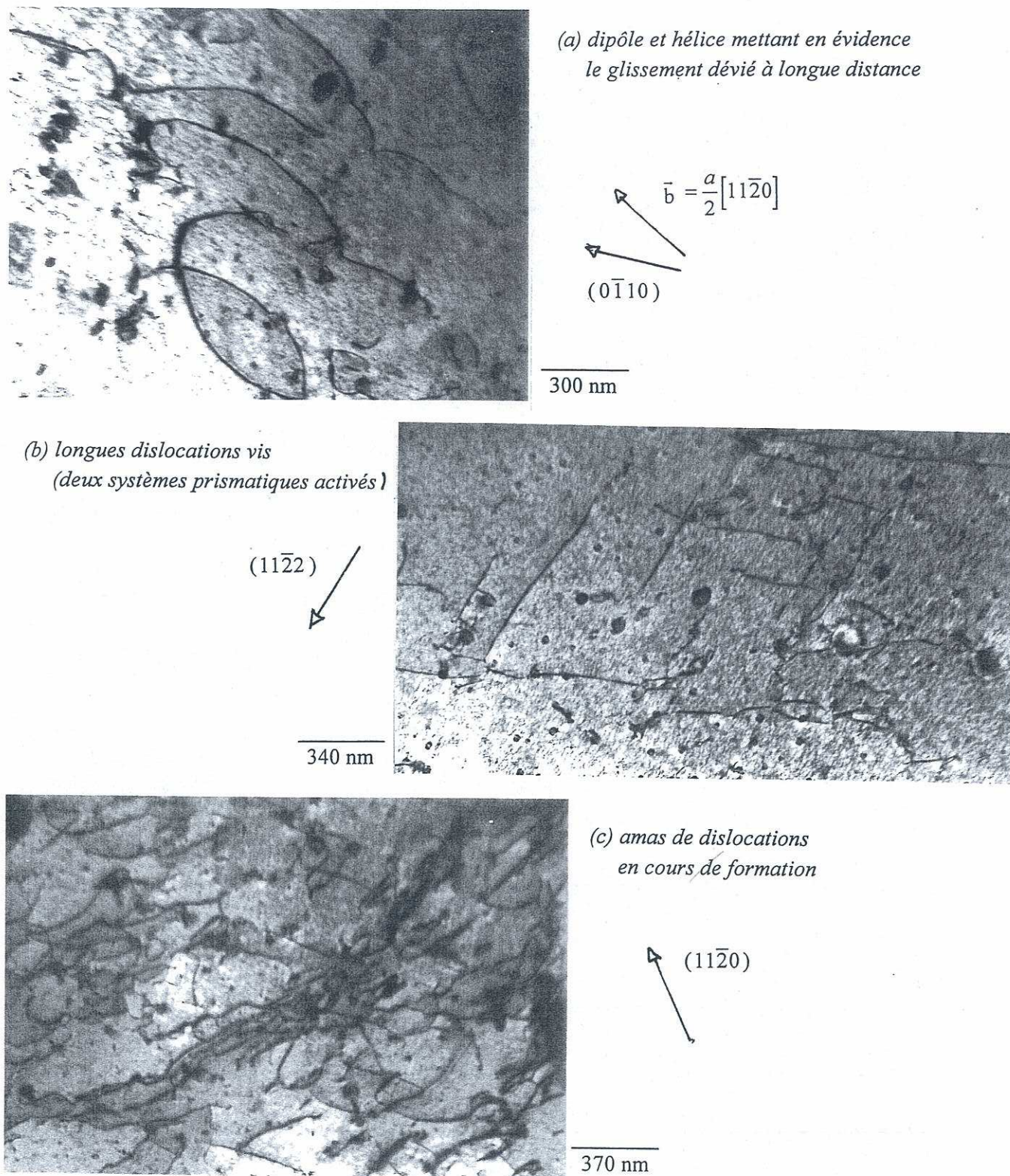


Figure IV.31 : Arrangement des dislocations de type  $\langle a \rangle$  après un essai de relaxation dans la direction axiale à 350°C ( $\epsilon_p = 1\%$ ).











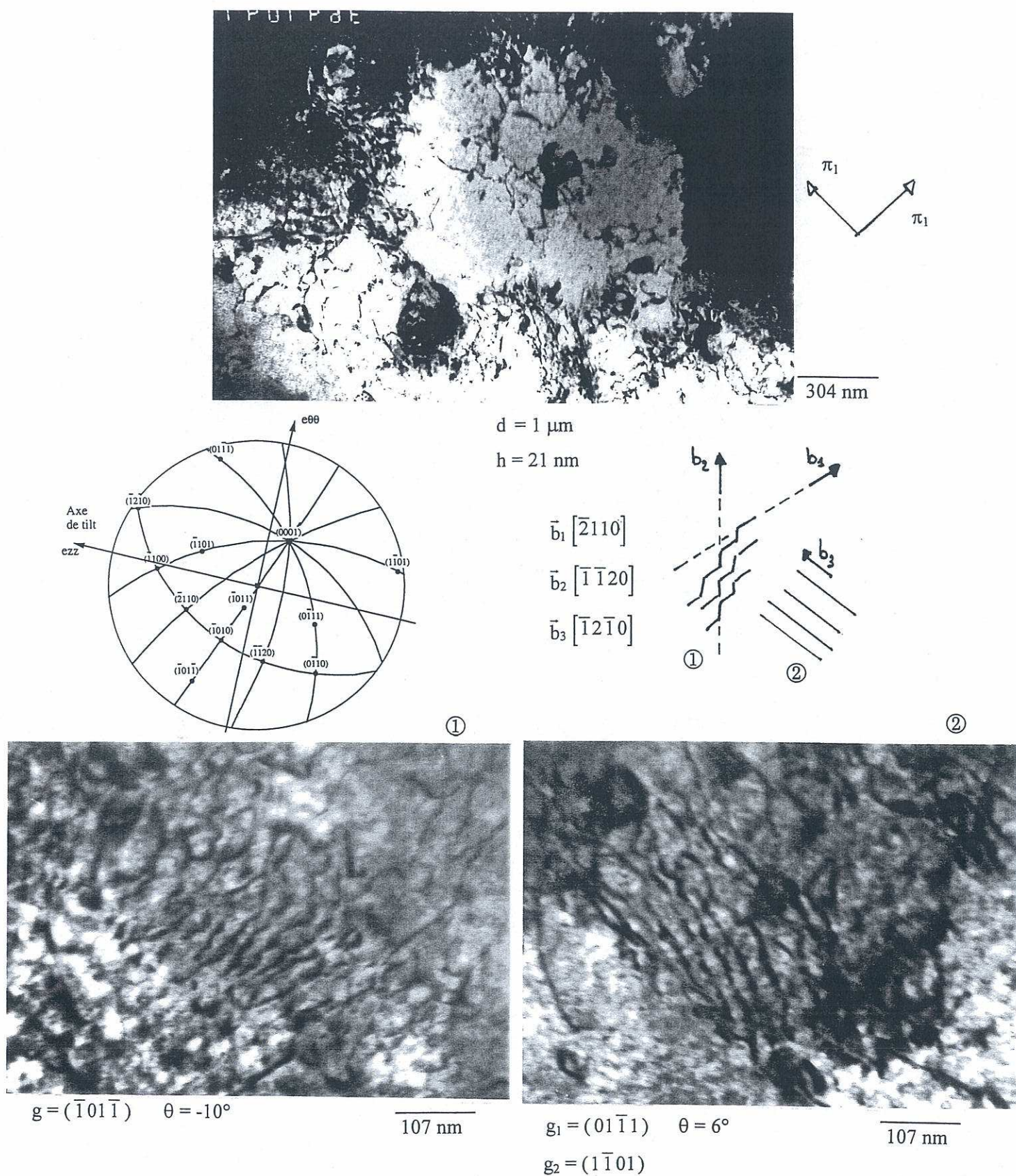
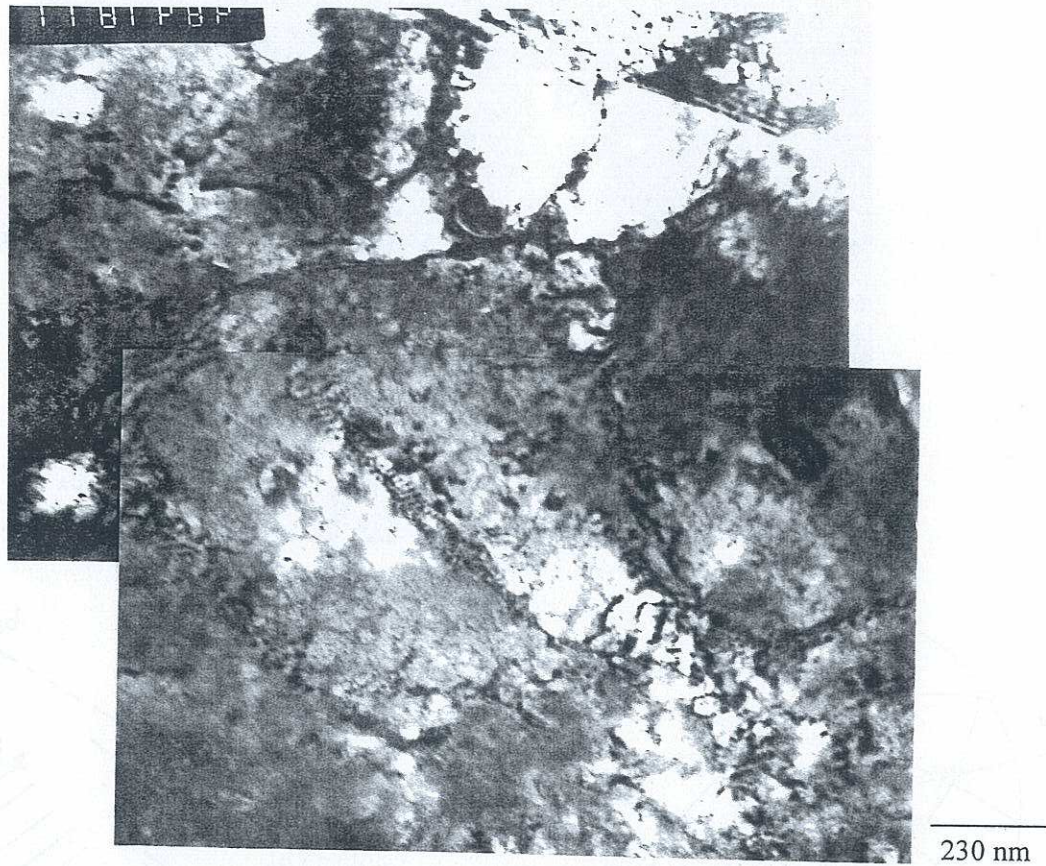
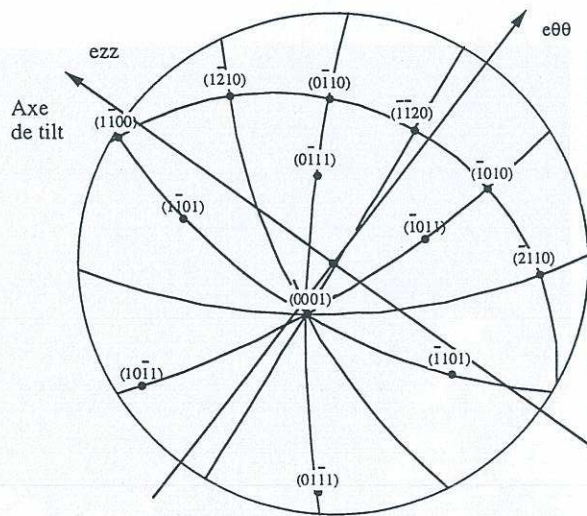


Figure IV.34 : Structure cellulaire constituée de sous-joints de torsion dont les dislocations sont de type  $\langle a \rangle$  ; essai de relaxation dans la direction axiale à 350°C ( $\varepsilon_p = 5\%$ ).





$g = (\bar{1}010)$   $\theta = 24^\circ$



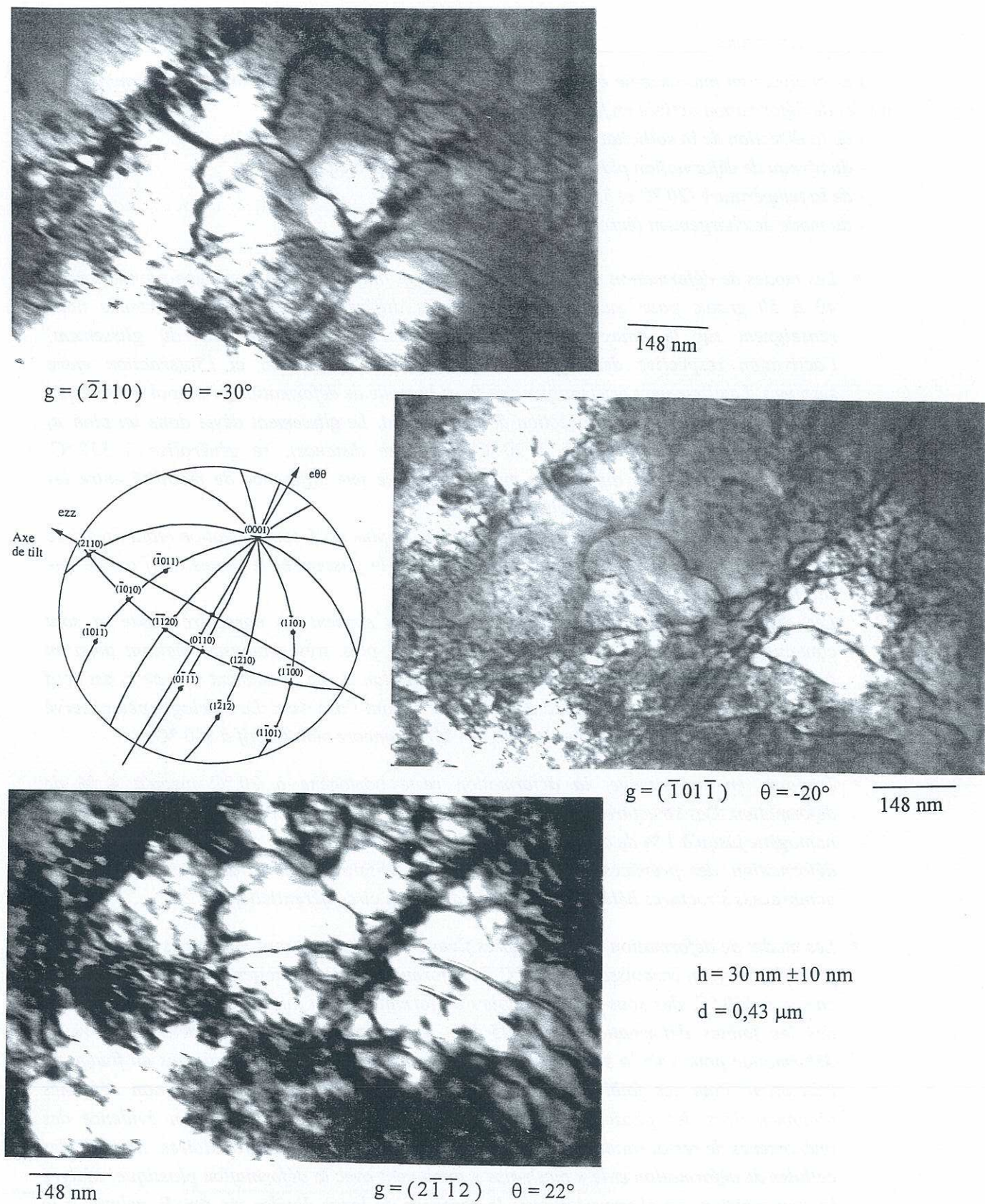
$h = 15 \text{ nm} \pm 10 \text{ nm}$

$d_{\min} = 0,35 \mu\text{m}$

$d_{2\max} = 0,87 \mu\text{m}$

**Figure IV.35 :** Cellules et sous-joints observés après un essai de fluage dans la direction axiale à  $350^\circ\text{C}$  ( $\Sigma_{zz} = 180 \text{ MPa}$ ,  $\epsilon_p = 6\%$ ).





**Figure IV.36 :** Emission d'une boucle de dislocation  $b_1 = [11\bar{2}0]$  à partir d'un sous-joint.

La dislocation  $b_1$  se déplace dans le plan de base (0002).

Essai de fluage dans la direction axiale à  $350^\circ\text{C}$  ( $\Sigma_{zz} = 180 \text{ MPa}$ ,  $\varepsilon_p = 6\%$ ).



*En résumé*

Les analyses en microscopie électronique en transmission nous ont permis de déterminer les modes de déformation activés en fonction :

- de la direction de la sollicitation (axiale, circonférentielle et équi-biaxée) ;
- du niveau de déformation plastique (0,2 %, 1 % et 4 % principalement) ;
- de la température (20 °C et 350 °C) ;
- du mode de chargement (écrouissage, fluage et relaxation).

\* Les modes de déformation actifs après écrouissage ont été identifiés sur une population de 40 à 50 grains pour quatorze configurations différentes. Les résultats obtenus nous renseignent sur le pourcentage de grains déformés, la multiplicité du glissement, l'activation respective des différents systèmes de déformation et l'interaction entre systèmes. Le glissement prismatique  $\langle a \rangle P$  est le mode de déformation principal quelles que soient la température et la direction de chargement. Le glissement dévié dans un plan  $\pi_1$  observé dans quelques grains à 20 °C (à courte distance), se généralise à 350 °C. L'observation de longs dipôles vis met en évidence une différence de mobilité entre les segments de dislocation vis et coins.

Le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  est le glissement secondaire le plus actif, son activation étant favorisée par la température. Le glissement basal  $\langle a \rangle B$  est le glissement le moins actif quelle que soit la direction de chargement.

Les dislocations  $\langle c+a \rangle \pi_1$  observées ont le plus souvent un caractère mixte et sont contenues dans un plan  $\pi_1 \{10\bar{1}1\}$ . Elles sont, de plus, très sinueuses, mettant ainsi en évidence l'activation du glissement dévié dans un plan  $\pi_1$ . Le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  est actif dès lors qu'il faut accommoder la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ . Le maclage, peu observé à 20 °C pour les faibles déformations ( $\varepsilon_p \leq 4\%$ ) est encore moins actif à 350 °C.

\* Toujours en écrouissage, la déformation reste homogène à 20 °C jusqu'à 4 % de déformation. Des structures cellulaires sont formées à 14 %. A 350 °C, la déformation reste homogène jusqu'à 1 % de déformation, quelle que soit la direction de chargement. A 4 % de déformation, des prémices de structuration sont observés dans la direction axiale et de nombreuses structures hétérogènes dans la direction circonférentielle.

\* Les modes de déformation observés après fluage ou relaxation sont identiques à ceux décrit précédemment en écrouissage. A 20 °C, la déformation reste homogène dans les grains. Par contre à 350 °C, des sous-joints en cours de formation sont mis en évidence après fluage dès les faibles déformations ( $\varepsilon_p = 0,25\%$ ). Il faut toutefois aller au-delà de 4 % de déformation pour voir la structuration se généraliser à l'ensemble des grains en fluage ou relaxation. Pour les faibles déformation ( $\varepsilon_p \sim 1\%$ ), le nombre de grains non déformés diminuent lors des phases de relaxation ou de fluage, mettant ainsi en évidence des phénomènes de restauration par le temps des incompatibilités intergranulaires. La taille des cellules de déformation et le « mesh-size » diminuent avec la déformation plastique. Malgré la structuration, on observe toujours la présence de longs dipôles vis  $\langle a \rangle P$ , relatifs à la forte friction de réseau.

Quelle que soit la déformation, la plupart des sous-joints observés sont des sous-joints de torsion provenant d'interaction  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$ . La structuration semble indépendante de la direction de chargement.









---

## Chapitre V

# Mécanismes physiques associés à la plasticité du Zircaloy-4 : synthèse et discussion

---

*En corrélant les résultats des essais mécaniques et des observations en Microscopie Electronique à Transmission, on cherche dans ce chapitre à déceler l'influence des divers mécanismes physiques associés à la déformation plastique sur le comportement macroscopique. L'objectif est de déterminer les éléments essentiels à retenir pour la modélisation.*

*Les deux premiers paragraphes sont étroitement liés à l'anisotropie de comportement mécanique : l'activation des systèmes de glissement responsables de la déformation plastique et la nature de l'écrouissage du matériau y sont successivement traitées. Les mécanismes thermiquement activés entre 20 et 350 °C et la validité du critère de Schmid sont abordés dans les troisième et quatrième paragraphes, avant de conclure par les éléments essentiels à retenir pour la modélisation dans le dernier.*



## V.1 SYSTEMES DE GLISSEMENT ASSOCIES A LA DEFORMATION PLASTIQUE

### V.1.1 Glissement prismatique

Le glissement prismatique  $\langle a \rangle P$  est le glissement principal du zirconium et de ses alliages. A température ambiante, c'est le seul glissement activé jusqu'à 1 % de déformation plastique dans la direction axiale et jusqu'à 0,2 % de déformation dans la direction circonférentielle. L'anisotropie observée sur la surface de charge semble être uniquement associée à l'activation plus ou moins facile du glissement  $\langle a \rangle P$  suivant l'orientation de l'axe de sollicitation vis-à-vis de la texture. Des sollicitations étudiées en MET, la direction équi-biaxée est celle qui présente la plus grande difficulté à se déformer initialement : à 20 °C, pour l'essai interrompu à 1 % de déformation plastique, seulement 40 % des grains présentent du glissement prismatique (60 % des grains ne sont pas déformés *plastiquement*). Dans les mêmes conditions, pour les deux autres rapports de biaxialité étudiés, plus de 55 % des grains présentent du glissement prismatique.

### V.1.2 Glissements secondaires

Pour l'accommodation de la déformation suivant l'axe  $\langle a \rangle$ , le glissement basal est le glissement secondaire le moins fréquent, quelle que soit la température, en accord avec les valeurs des cisssions critiques relevées dans la littérature :  $\tau_c(\langle a \rangle B) > \tau_c(\langle a \rangle \pi_1)$  et  $\tau_c(\langle a \rangle P)$ .

Le glissement pyramidal  $\langle a \rangle \pi_1$  est le glissement secondaire le plus actif ; son activation est favorisée par la température. Pour les essais interrompus à 4 % de déformation plastique, on observe ce glissement dans plus de 30 % des grains à 20 °C et dans plus de 60 % des grains à 350 °C. Ce fait n'est pas surprenant, car d'après la teneur en oxygène de l'alliage étudié et les valeurs données dans la littérature pour Zr- $\alpha$  et Ti- $\alpha$ , la cisssion critique de ce glissement [ $\tau_c(\langle a \rangle \pi_1)$ ] semble proche de celle du prismatique [ $\tau_c(\langle a \rangle P)$ ].

Le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  est observé en tant que système de glissement, mais aussi en tant que plan de glissement dévié associé au glissement prismatique. Le glissement dévié est essentiellement actif à 350 °C. A cette température, le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  est observé dès les faibles déformations sans toutefois modifier l'anisotropie par rapport à la température ambiante.

Le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  et le maclage sont actifs dès lors qu'il faut accommoder la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ . A 20 °C, ils sont actifs dès 1 % de déformation plastique dans la direction circonférentielle et à 4 % dans les deux autres directions étudiées pour le glissement  $\langle c+a \rangle$ . D'après la littérature, la cisssion critique du glissement  $\langle c+a \rangle$  est nettement supérieure à celle des autres systèmes. Le maclage semble cependant moins facile que le glissement  $\langle c+a \rangle$  (pour  $\varepsilon_p \leq 4$  %, il est actif uniquement dans la direction circonférentielle). Ce point peut être interprété comme le résultat de la présence d'éléments en insertion ( $O_{eq}$ ) défavorable au maclage (Funderberger *et al.* 1990). L'augmentation de la température modifie peu l'activation du glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$ , mais diminue l'activation du maclage.



L'activation du maillage et/ou du glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  peuvent induire une rotation des axes  $\langle c \rangle$  du réseau cristallin (évolution de texture). Cette évolution de texture a été étudiée par Pujol (1994) après des essais de fluage à 200 °C, interrompus à 10 % et 8 % de déformation plastique, respectivement dans les sens long et travers, pour une tôle<sup>1</sup> en Zr 702. Les textures qu'elle obtient montrent que la sollicitation en sens long modifie peu la texture (elle note une légère réorientation des normales au plan prismatique dans la direction de sollicitation). Par contre la sollicitation dans le sens travers entraîne une rotation significative des axes  $\langle c \rangle$  qui se rapprochent de la normale à la tôle : l'orientation majoritaire de l'axe  $\langle c \rangle$  des cristallites, qui se situe à 40° de la direction radiale  $e_r$  pour l'état non déformé, passe à 33° après déformation. Pour quantifier cette rotation, elle a évalué les facteurs de Kearns  $f_i$  (caractérisant l'anisotropie du polycristal entre l'axe  $c$  et une direction de référence  $i$ ). Le facteur de Kearns  $f_T$  évolue de 0,376 à 0,302 dans le sens travers, alors que  $f_L$  n'évolue pas dans le sens long. Christodoulou (1989) a obtenu des résultats analogues dans le sens long, y compris pour des déformations plus faibles (figure V.1).

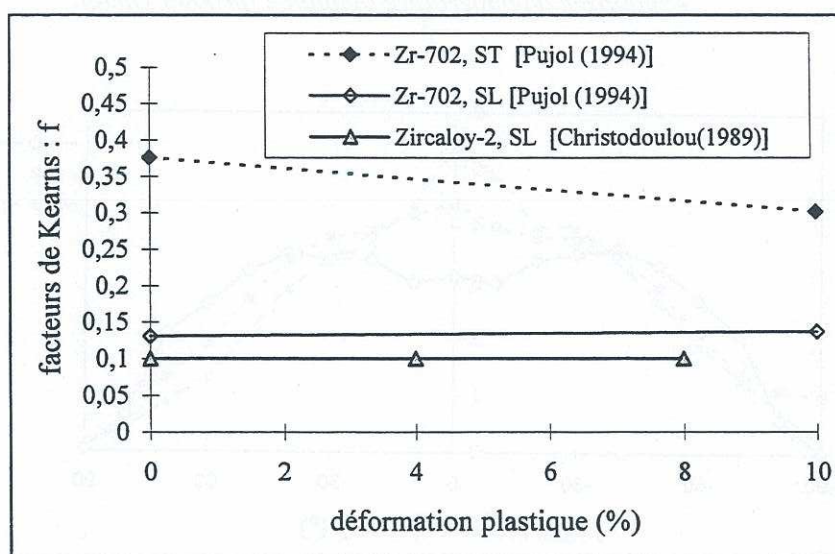
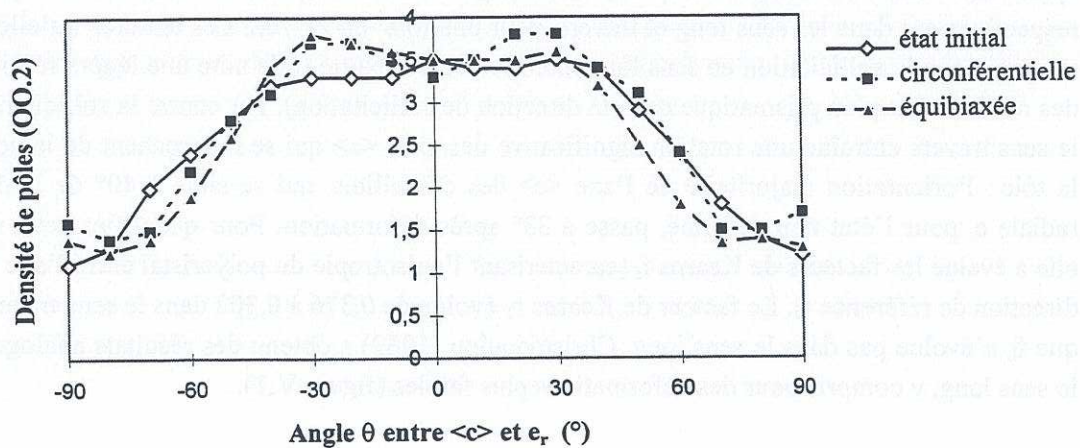


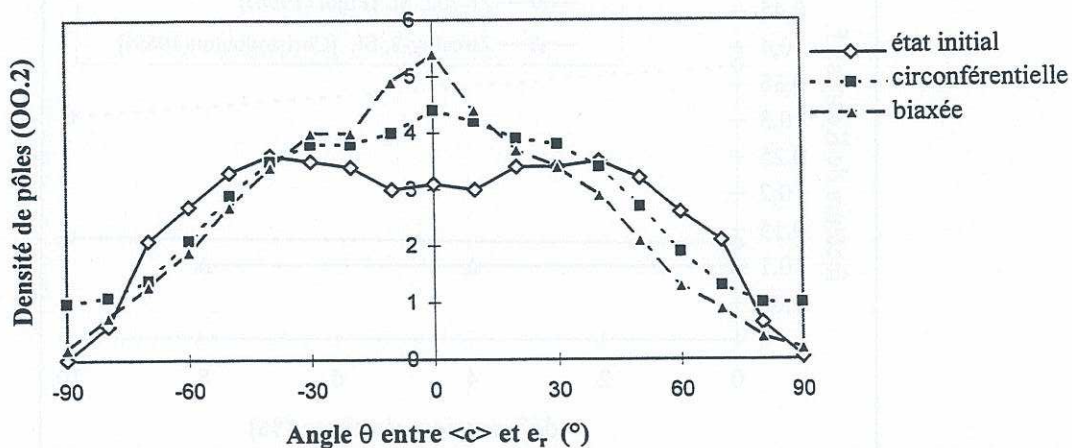
Figure V.1 : Evolution des facteurs de Kearns - essais de traction sur tôles

<sup>1</sup> La texture de la tôle utilisée par Pujol est similaire à celle des tubes U483 et U556 en ce qui concerne l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  (orientation préférentielle dans le plan  $(e_r, e_\theta)$  avec un maximum de la densité de pôle à  $\pm 40^\circ$  de  $e_r$ ). Par contre, les normales aux plans prismatique  $\{10\bar{1}0\}$  et  $\{11\bar{2}0\}$  sont réparties de manière presque égale suivant la direction de laminage mettant en évidence une recristallisation incomplète de la tôle.





a) Etat de réception et après 4 % de déformation dans les directions circonférentielle et équibiaxée à température ambiante (produit U556).



b) Après 4 % de déformation dans les directions circonférentielle et biaxée à 350  $^\circ\text{C}$  (produit X1 Rx).

**Figure V.2 :** Coupe de la figure de pôles(00.2) dans le plan ( $e_r$ ,  $e_\theta$ ) : densités d'orientation des axes  $\langle c \rangle$  en fonction de l'angle  $\theta$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$ .

La modification de la texture pouvant avoir un effet notable sur le comportement du matériau (évolution de l'anisotropie), nous avons cherché à la déceler sur nos tubes pour des déformations inférieures à 5 % et des chargements mécaniques sollicitant l'axe  $\langle c \rangle$ . Quatre analyses de textures ont été effectuées au CEA (Béchade 1999) :

- deux pour des échantillons du produit U556 testés à 20 °C jusqu'à 4 % de déformation plastique dans les directions circonférentielle et équibiaxée ;
- deux pour des échantillons du produit X1 Rx testés à 350 °C jusqu'à 4 % de déformation plastique dans la direction circonférentielle et dans une direction proche de l'équibiaxée ( $\alpha=0,625$ ).

L'analyse de texture du produit U556 non déformé a également été effectuée dans les mêmes conditions expérimentales pour faciliter les comparaisons. Les figures de pôles *recalculées* de ces échantillons sont données sur les figures V.3 (a, b et c) et V.4 (a et b). Ces figures permettent de déceler des rotations de l'axe  $\langle c \rangle$ , plus prononcées à 350 °C qu'à 20 °C.

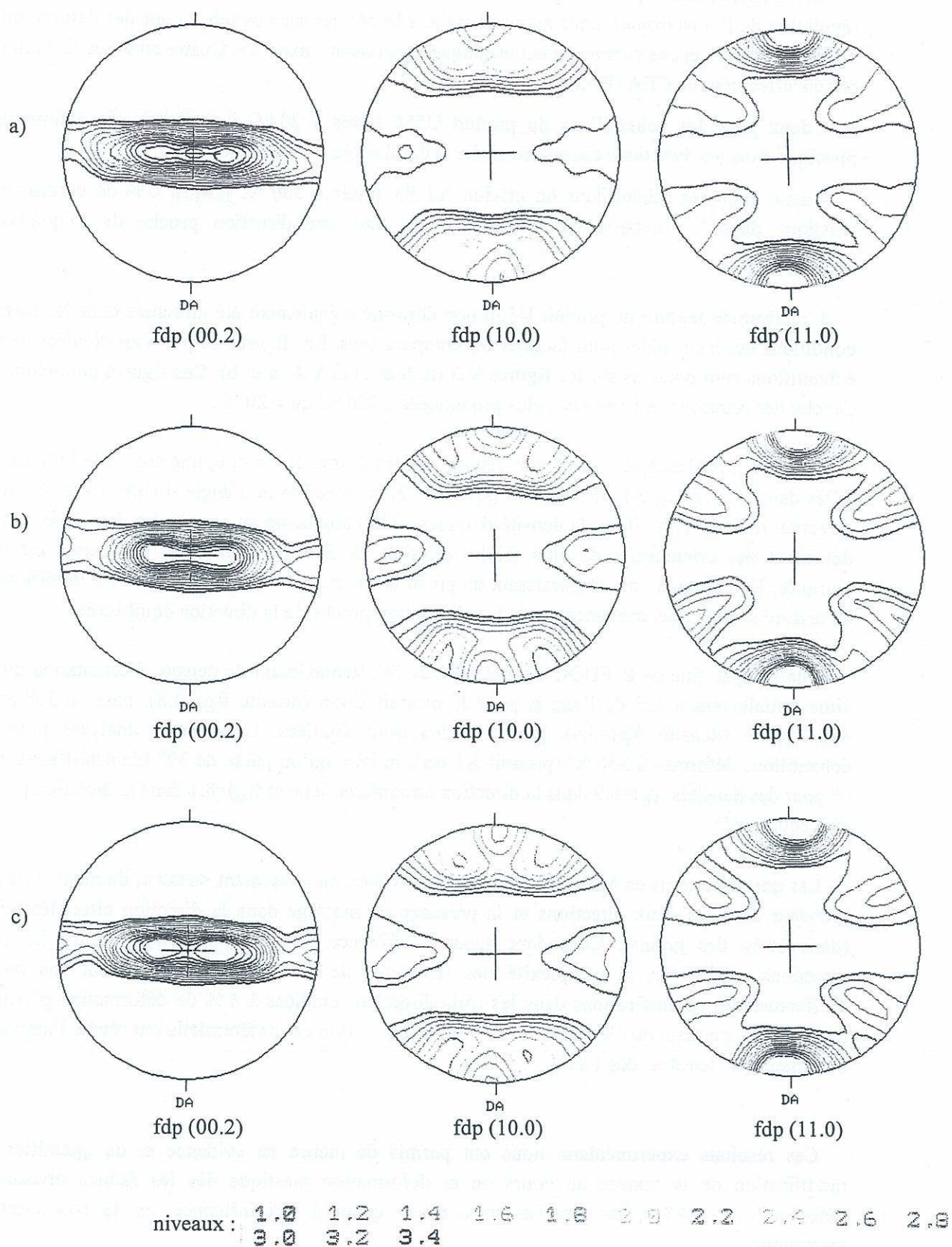
Pour faciliter l'analyse, nous avons reporté sur les figures V.2 a et b, une coupe de la figure de pôles dans le plan ( $e_r$ ,  $e_\theta$ ) : densités de pôles (00.2) en fonction de l'angle  $\theta$  entre l'axe  $\langle c \rangle$  et la direction radiale  $e_r$ . A 20 °C, la densité de pôles (00.2) augmente au niveau des deux maxima, au détriment des orientations de plus faibles densités. A 350 °C, l'évolution de texture est plus marquée, les deux maxima disparaissant au profit d'un seul pic centré en  $\theta = 0^\circ$ . La modification de texture semble plus prononcée pour la sollicitation proche de la direction équibiaxée.

Une analyse fine de la FDOC montre qu'à 20 °C, le maximum de densité d'orientation qui se situe initialement à  $42^\circ$  de l'axe  $e_r$  pour le produit U556 (densité  $f(g)=4,8$ ), passe à  $30^\circ$  après déformation (densité  $f(g)=5,4$ ), pour les directions étudiées. Les mêmes analyses pour les échantillons déformés à 350 °C (produit X1 Rx), montre qu'on passe de  $30^\circ$  (densité  $f(g)=6,3$ ), à  $0^\circ$  pour des densités  $f(g)=6,9$  dans la direction circonférentielle et  $f(g)=8,1$  dans la direction proche de l'équibiaxée.

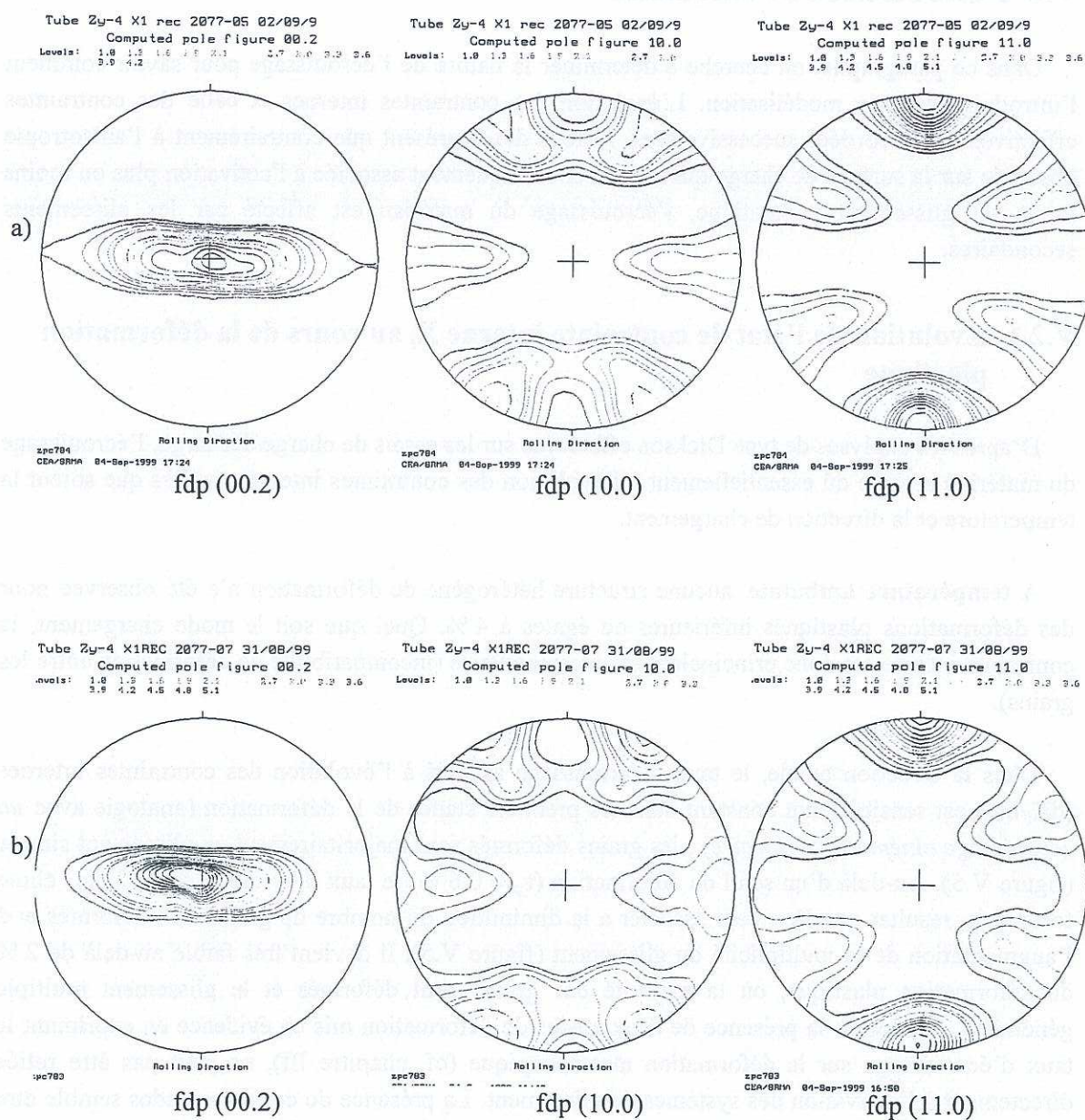
Les quantifications en MET ont révélé une activation du glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  du même ordre de grandeur dans les deux directions et la présence de maclage dans la direction circonférentielle (dans 15 % des grains). Cependant aucune différence notable n'est visible entre les deux directions. A 350 °C, la complexité des structures de déformation ne nous ont pas permis d'effectuer des quantifications dans les trois directions étudiées à 4 % de déformation plastique. Rappelons cependant que les observations dans la direction circonférentielle ont révélé l'activation du glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  dès 1 %.

Ces résultats expérimentaux nous ont permis de mettre en évidence et de quantifier une modification de la texture au cours de la déformation plastique dès les faibles niveaux de déformation ( $\epsilon_p=4\%$ ). La question reste posée quant à son influence sur le comportement mécanique.





**Figure V.3 :** Figures de pôles de l'état non déformé (a) et après 4% de déformation plastique dans les directions circonférentielle (b) et équibiaxée (c) (produit U556 testé à 20°C).



**Figure V.4 :** Figures de pôles après 4% de déformation plastique dans les directions circonférentielle (a) et équibiaxée (b) (produit X1 Rx testé à 350°C).



## V.2 ECROUISSAGE DU MATERIAU

Dans ce paragraphe, on cherche à déterminer la nature de l'écrouissage pour savoir comment l'introduire dans la modélisation. L'évolution des contraintes internes et celle des contraintes effectives sont abordées successivement. Notons dès à présent que contrairement à l'anisotropie observée sur la surface de charge qui semble être uniquement associée à l'activation plus ou moins facile du glissement prismatique, l'écrouissage du matériau est affecté par les glissements secondaires.

### V.2.1 Evolution de l'état de contrainte interne $X_i$ au cours de la déformation plastique

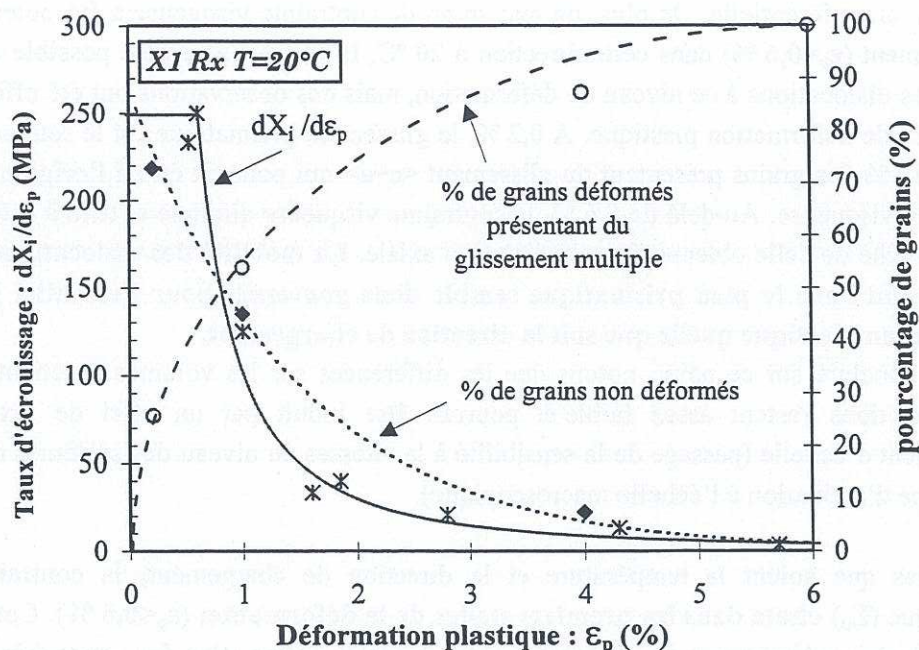
D'après les analyses de type Dickson effectuées sur les essais de charge/décharge, l'écrouissage du matériau semble dû essentiellement à l'évolution des contraintes internes quelles que soient la température et la direction de chargement.

A température ambiante, aucune structure hétérogène de déformation n'a été observée pour des déformations plastiques inférieures ou égales à 4 %. Quel que soit le mode chargement, la contrainte interne est donc principalement intergranulaire (incompatibilité de déformation entre les grains).

Dans la direction axiale, le taux d'écrouissage associé à l'évolution des contraintes internes ( $dX_i/d\varepsilon_p$ ) est sensiblement constant dans les premiers stades de la déformation (analogie avec un *écrouissage cinématique linéaire*) ; les grains déformés sont majoritairement en glissement simple (figure V.5). Au-delà d'un seuil de déformation ( $\varepsilon_p \approx 0,6$  %) le taux d'écrouissage ( $dX_i/d\varepsilon_p$ ) chute fortement, résultat que l'on peut associer à la diminution du nombre de grains non déformés et à l'augmentation de la multiplicité du glissement (figure V.5). Il devient très faible au-delà de 2 % de déformation plastique, où la majorité des grains sont déformés et le glissement multiple généralisé. Par contre la présence de deux stades de déformation mis en évidence en exprimant le taux d'écrouissage sur la déformation macroscopique (cf. chapitre III), ne peut pas être reliée directement à l'activation des systèmes de glissement. La présence de ces deux stades semble être induite par une combinaison complexe des différents phénomènes en début d'écoulement qui se traduisent par une augmentation de la contrainte interne et une diminution de la contrainte effective.

Dans la direction circonférentielle, les contraintes internes  $X_i$  sont beaucoup plus élevées que dans la direction axiale pour les premiers stades de la déformation. Les observations en MET associées aux essais interrompus pour une déformation plastique de 0,2 % ne présentent pas de différences notables entre les deux directions : seul le glissement prismatique est observé, le pourcentage de grains déformés ou non déformés est similaire dans les deux cas. Les écarts observés sur les contraintes internes semblent donc associés uniquement à un effet de texture. Pour les niveaux de déformation plus élevés, les niveaux de contraintes internes dans la direction circonférentielle deviennent inférieures à ceux obtenus dans la direction axiale. Ce résultat peut être expliqué en le corrélant à la rotation des axes  $\langle c \rangle$  lors de la traction circonférentielle (cf. §V.1). Cette rotation conduit en effet à orienter plus favorablement l'ensemble des grains vis-à-vis du glissement prismatique.





**Figure V.5 :** Taux d'écrouissage en fonction de la déformation plastique : corrélation avec le pourcentage de grains non déformés et la multiplicité du glissement (produit X1 Rx, traction dans la direction axiale à 20 °C).

A 350 °C, les mêmes tendances sont observées en écrouissage pour l'évolution des contraintes internes, dans les directions axiale et circonférentielle. Cependant, lors des essais de relaxation, on observe une restauration par le temps des contraintes internes.

Aucune structure de dislocations n'est observée pour les faibles niveaux de déformation en écrouissage. La restauration déterminée en relaxation est donc principalement d'origine intergranulaire : le nombre de grains non déformés diminue, ce qui permet de diminuer les hétérogénéités de déformation entre grains. Pour l'essai d'écrouissage conduit jusqu'à 8 % de déformation, des structures hétérogènes de déformation sont observées (amas, cellules). Ces structures hétérogènes sont à l'origine de contraintes internes  $X_i$  intragranulaire. Les structures observées après relaxation sont plus fines (sous joints) que celles observées après écrouissage à 8 % de déformation (murs de dislocations plus fins et présentant une densité de dislocations plus faible). On peut donc supposer qu'au-delà d'un certain niveau de déformation, à la relaxation des contraintes internes intergranulaires se superpose une relaxation des contraintes internes intragranulaires (les murs de dislocations se transformant en sous-joints).

## V.2.2 Evolution des contraintes effectives $\Sigma_{eff}$ au cours de la déformation plastique

Quelle que soit la température, on note peu de différences sur les valeurs de contraintes visqueuses  $\Sigma_v$  (contrainte effective thermiquement activée) entre les directions axiale et circonférentielle. Par contre, le volume d'activation paraît plus faible dans la direction circonférentielle que dans la direction axiale. Ce dernier point peut être relié à la différence de sensibilité à la vitesse de déformation entre les glissements secondaires et le glissement prismatique ( $V_{nd} < V_p$ ). En effet, l'activation du glissement secondaire est plus importante dans la



direction circonférentielle. De plus, un maximum de contrainte visqueuse a été obtenue en début d'écoulement ( $\varepsilon_p=0,6\%$ ) dans cette direction à 20 °C. Il ne nous a pas été possible d'analyser la nature des dislocations à ce niveau de déformation, mais des observations ont été effectuées après 0,2 et 1 % de déformation plastique. A 0,2 %, le glissement prismatique est le seul actif et à 1 %, plus de 10 % des grains présentent du glissement  $\langle c+a \rangle$  qui pourrait être à l'origine de ce pic de contrainte visqueuse. Au-delà de 0,6 %, la contrainte visqueuse diminue et tend à saturer vers une valeur proche de celle obtenue dans la direction axiale. **La mobilité des dislocations vis de type  $\langle a \rangle$  glissant dans le plan prismatique semble donc gouverner pour l'essentiel la vitesse de déformation plastique quelle que soit la direction de chargement.**

Pour conclure sur ce point, notons que les différences sur les volumes d'activation entre les deux directions restent assez faible et pourrait être induit par un effet de texture lors du changement d'échelle (passage de la sensibilité à la vitesses au niveau des systèmes de glissement au volume d'activation à l'échelle macroscopique).

Quelles que soient la température et la direction de chargement, la contrainte effective athermique ( $\Sigma_p$ ) **chute dans les premiers stades de la déformation ( $\varepsilon_p < 0,5\%$ )**. Cette chute peut être attribuée au désancrage des dislocations des joints de grains et/ou des atmosphères de Cottrell associées à l'oxygène (destruction d'un ordre à courte distance). D'autres éléments, telle l'hétérogénéité des tailles de grains, pourraient également jouer un rôle dans ce phénomène.

Un crochet de traction a été observé en écrouissage quelle que soit la température dans la direction axiale et à 20 °C dans la direction circonférentielle. Pour cette dernière direction, nous associons le crochet de traction à la chute de contrainte visqueuse évoquée précédemment au-delà de 0,6 % de déformation et à la rotation du réseau cristallin qui permettrait l'activation du glissement prismatique dans les grains défavorablement orientés. A 350 °C, l'activation beaucoup plus rapide du glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  et/ou les faibles sensibilités à la vitesse de déformation des différents systèmes actifs pourraient expliquer la disparition du phénomène. Pour la direction axiale, nous expliquons simplement le phénomène par une compétition entre la chute de la contrainte effective athermique et l'augmentation des contraintes visqueuse et interne.

**Pour les déformations plus élevées, la contrainte  $\tau_\mu$  évolue peu**, ce qui semble montrer que l'interaction entre dislocations (écrouissage latent) n'est pas un phénomène prépondérant (au moins dans les directions axiale et circonférentielle). L'écrouissage latent est très sensible à l'Energie De faute d'Empilement  $\gamma$  (EDE) associée à chacun des systèmes de glissement intervenant dans une interaction donnée (Franciosi 1985, Clavel and Feaugas 1994, Feaugas 1994). Dans les métaux c.f.c., l'écrouissage latent devient négligeable pour  $\gamma \geq 100 \text{ mJ/m}^2$  (Franciosi 1985). Les valeurs données dans la littérature pour les alliages de Ti- $\alpha$  et de Zr- $\alpha$  montrent que  $\gamma$  est supérieure à  $100 \text{ mJ/m}^2$  quel que soit le système de glissement considéré. Il semble donc que l'écrouissage latent ne soit pas un mécanisme prépondérant dans le Zircaloy-4.

Cependant Feaugas (1994) a noté un durcissement supplémentaire lors d'essais non proportionnels sur un alliage de titane biphasé quand le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  était activé. Un constat similaire est fait lors de nos essais. En effet, à 20 °C, la valeur de  $\Sigma_p$  en fin d'essai est plus importante dans la direction circonférentielle que dans la direction axiale où le glissement  $\langle c+a \rangle$  est moins actif. Le glissement  $\langle c+a \rangle$  semble donc avoir un effet durcissant dont la nature reste à préciser.



Cette différence n'est plus observée à 350 °C, où le glissement dévié devient très actif, relaxant les interactions de type arbre de la forêt.

### V.3 MECANISMES PHYSIQUES THERMIQUEMENT ACTIVES

Quelles que soient la température et la direction de chargement, le volume d'activation diminue dans les premiers stades de la déformation puis se stabilise au-delà de 1 à 2 % de déformation plastique. Cette évolution peut être associée, d'une part, à la forte augmentation de densité de dislocations mobiles en début d'écoulement et, d'autre part, au caractère polycristallin du matériau : le rapport entre les volumes d'activation à l'échelle macroscopique et à l'échelle des systèmes de glissement évolue en début d'écoulement (cf. annexe A-I). Dans toute la suite de ce paragraphe, on considère les valeurs *stabilisées* de volumes d'activation.

Nous avons vu au paragraphe précédent que le glissement prismatique gouverne, pour l'essentiel, la vitesse de déformation plastique et donc le volume d'activation. A partir des valeurs de volume d'activation déterminées dans notre étude et des valeurs relevées dans la littérature, **on cherche à déterminer l'influence de la température sur les mécanismes thermiquement activés qui contrôlent la mobilité des dislocations vis de type  $\langle a \rangle$  dans le plan prismatique.**

Les évolutions du volume d'activation  $V$  et de la contrainte de cisaillement  $\tau$  en fonction de la température sont schématisées sur la figure V.6 pour le zirconium et ses alliages. On distingue quatre régimes de températures.

**Le domaine  $D_1$**  où la mobilité des dislocations vis est essentiellement pilotée par une forte friction de réseau résultant de la structure non-planaire du cœur des dislocations. Dans ce domaine pour de fortes teneurs en oxygène (ce qui est le cas du Zircaloy-4) un pic est observé sur le volume d'activation pour une température  $T_1$  de l'ordre de 20 °C. Un pic sur l'évolution de la contrainte critique est également observé (Naka 1983 sur du Ti- $\alpha$ ), mais plus rarement.

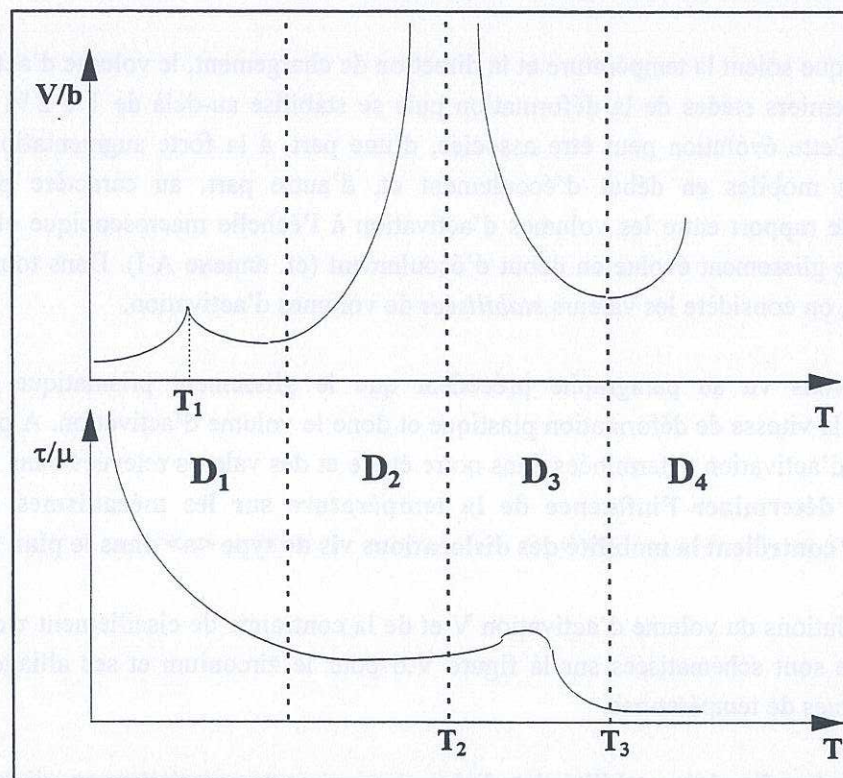
**Le domaine  $D_2$**  correspond à un régime athermique où un palier est observé sur l'évolution du rapport  $\tau/\mu$ . Le volume d'activation devient très grand, c'est-à-dire que la sensibilité à la vitesse devient quasi nulle.

**Le domaine  $D_3$**  compris entre  $T_2$  et  $T_3$  présente un durcissement sur la courbe  $\tau/\mu=f(T)$  et une décroissance du volume d'activation. Ces deux points mettent en évidence un nouveau régime thermiquement activé associé généralement à l'interaction dynamique dislocation-oxygène. Notons toutefois que nous avons mis en évidence des signes de diffusion lacunaire (quelques hélices à 350 °C) ainsi que des mécanismes de restauration (présence de sous-joints). Ces deux mécanismes, thermiquement activés, peuvent également contrôler la vitesse de déformation. Les températures  $T_2$  et  $T_3$  semblent peu sensibles à la teneur en oxygène mais par contre dépendent de la vitesse comme le démontrent les résultats de Derep *et al.* (1980) dans le Zircaloy-4 (cf. figure III.62).

**Le domaine  $D_4$**  est associé à un nouveau palier sur la courbe  $\tau/\mu=f(T)$  ainsi qu'à une augmentation du volume d'activation propre à un régime athermique. Dans ce domaine, Bourgeois



(1996) a mis en évidence sur un alliage de titane biphasé (à 500 °C) que le mécanisme qui contrôle la vitesse de déformation est l'émission des boucles de dislocations au niveau des sous joints.



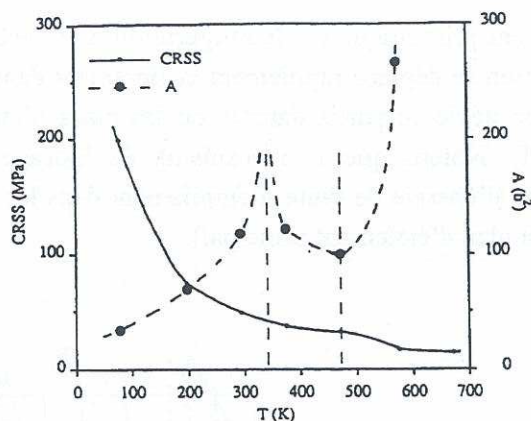
**Figure V.6 :** Evolution du volume d'activation et de la contrainte de cisaillement en fonction de la température

### V.3.1 Domaine des basses températures $D_1$ ( $T \leq 300$ °C)

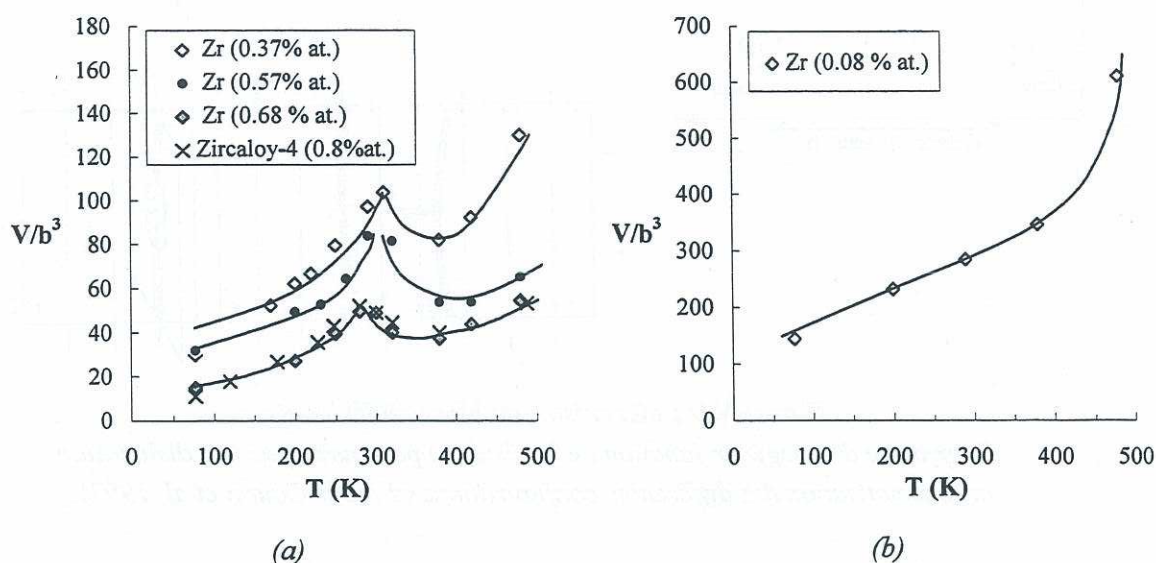
L'observation de long dipôles vis à température ambiante dans le Zircaloy-4 démontre que la mobilité des dislocations vis est bien plus faible que celle des dislocations coins. De façon similaire aux alliages de titane et de zirconium, la vitesse de déformation est donc contrôlée par la mobilité des dislocations vis dans le Zircaloy-4 à basse température.

Dans les alliages de titane-oxygène (Conrad 1981, Naka 1983, Farenc 1995a,b) comme de zirconium-oxygène (Soo 1968), pour des concentrations en oxygène supérieures à 0,1 % at. et 0,37 % at. respectivement, une discontinuité dans la dépendance de la cisssion critique  $\tau_c$  en fonction de la température est parfois observée au voisinage de 300K (25 °C) et plus généralement un pic dans la dépendance du volume d'activation en fonction de la température  $T$  (figures V.7 et V.8a). Ce pic n'est pas présent dans les alliages de haute pureté (cf. figure V.8b et Biget 1989). Le Zircaloy-4 présente le même type de pic sur l'évolution du volume d'activation (figure V.8a).





**Figure V.7 :** Evolution de la contrainte de cisaillement critique (CRSS) et de l'aire d'activation en fonction de la température dans un alliage de titane ( $O_{eq}=3270$  ppm) (Farenc et al. 1995 d'après les résultats de Naka et al. 1983,1988).

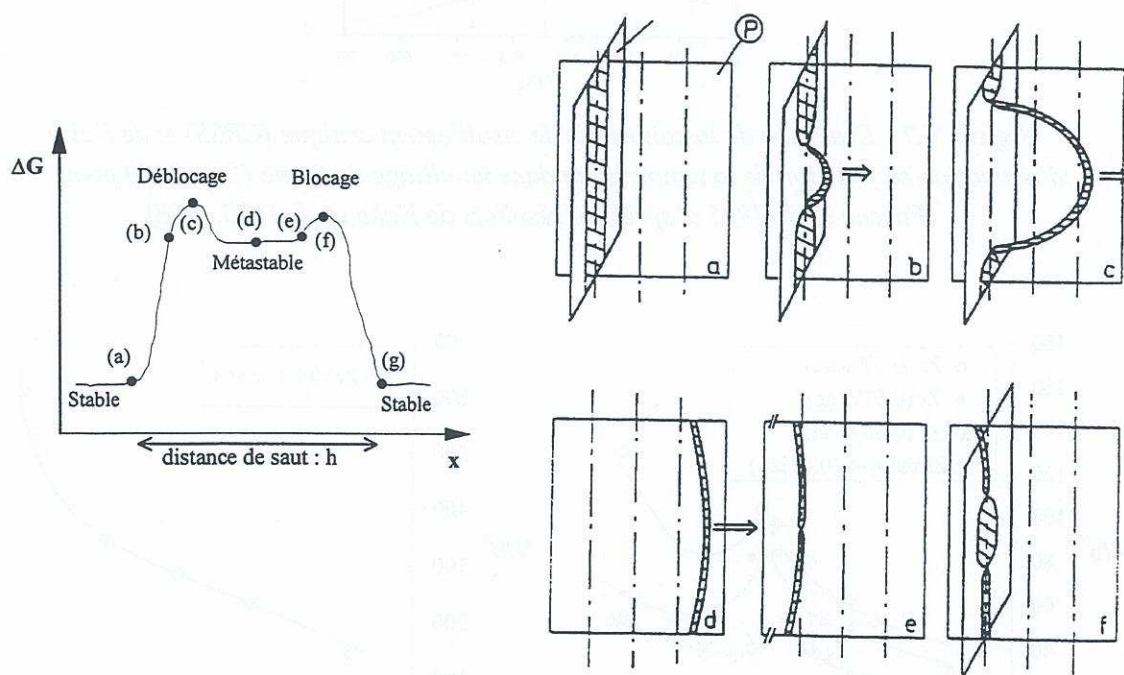


**Figure V.8 :** Evolution du volume d'activation en fonction de la température pour du Zircaloy-4 (Conrad et al. 1984) et des alliages de zirconium-oxygène (Soo et al. 1968).

Farenc et al. ont montré récemment dans le cas d'alliages de titane que cette anomalie pouvait être expliquée dans le cadre d'une extension du modèle de Peierls, appelée **modèle de blocage-déblocage**. Ce modèle, développé initialement par Caillard et Couret (1985a,b) dans le cas du glissement prismatique dans le magnésium, a pour point de départ le fait que les dislocations vis ne tombent pas dans toutes les vallées adjacentes (distantes de  $d$ ) mais se déplacent sur une distance  $h > d$  ( $d=c$  dans le cas de Ti- $\alpha$  et Zr- $\alpha$ ). Le potentiel associé à ce modèle est similaire à celui de Peierls mais avec une distance de saut  $h$  plus grande, déterminant une configuration métastable (figure V.9). Le mécanisme de déblocage (de (a) à (b)) correspond à la constriction des plans d'étalement secondaires ( $\pi 1$  et/ou basal) de la configuration sessile de la dislocation vis. Celui-ci peut être décrit comme un glissement dévié du plan d'étalement secondaire vers le plan d'étalement principal (le plan de glissement prismatique) à l'aide du formalisme développé par Friedel et Escaig (Friedel 1959, Escaig 1968). A la suite de ce mécanisme, la dislocation vis s'étale



dans le plan de glissement prismatique (c) (configuration dite métastable ou glissile). Durant un temps faible, la dislocation se déplace rapidement et librement dans le plan prismatique (de (c) à (e)). Enfin la dislocation dévie en partie dans le ou les plans d'étalement secondaires dans une configuration sessile (f). Notons que le mécanisme de blocage n'est pas le symétrique du mécanisme de déblocage (l'énergie de faute d'empilement dans les plans d'étalement secondaires est différente de celle du plan d'étalement principal).



**Figure V.9 : Mécanisme de blocage/déblocage :**  
*diagramme d'énergie en fonction de la distance parcourue par une dislocation  
 et schématisation des différentes configurations (d'après Couret et al. 1991).*

D'après les observations en MET *in situ* de Farenc *et al.* (1993) dans le titane- $\alpha$ , la distance de saut  $h$  est une fonction décroissante de la température alors que le modèle de Friedel définit une courbure critique de la dislocation  $a_F = R / \tau \cdot b$  ( $R$  énergie de constriction) augmentant avec la température. Sur la figure V.10 sont représentées l'évolution de l'aire d'activation  $A$  ( $A=V/b$ ) en fonction de la température ainsi que celle de  $A$  en fonction des contraintes leur correspondant. Dans le domaine des faibles températures et/ou fortes contraintes la distance de saut  $h$  est plus grande que l'arc critique  $a_F$  définie par le **modèle de glissement dévié de Friedel-Escaig**. Le mécanisme de Friedel-Escaig est donc celui qui contrôle la mobilité des vis pour les faibles températures. Dans un domaine intermédiaire  $h$  devient plus faible que  $a_F$  ce qui veut dire que la dislocation retombe dans une configuration sessile avant d'avoir atteint l'arc critique défini par le modèle de Friedel-Escaig. Dans ce cas, c'est donc un mécanisme de double décrochement qui pilote la mobilité des dislocations vis. Enfin, dans le domaine des hautes températures et faibles contraintes,  $h$  continue à diminuer et atteint la distance entre deux vallées de Peierls, c'est-à-dire  $c$ . Cette description des mécanismes qui régissent la mobilité des dislocations vis rend bien compte du pic observé sur la courbe  $V=f(\tau)$  dans le titane- $\alpha$  comme le montrent les résultats de Farenc *et al.* (1995) (figure V.11).



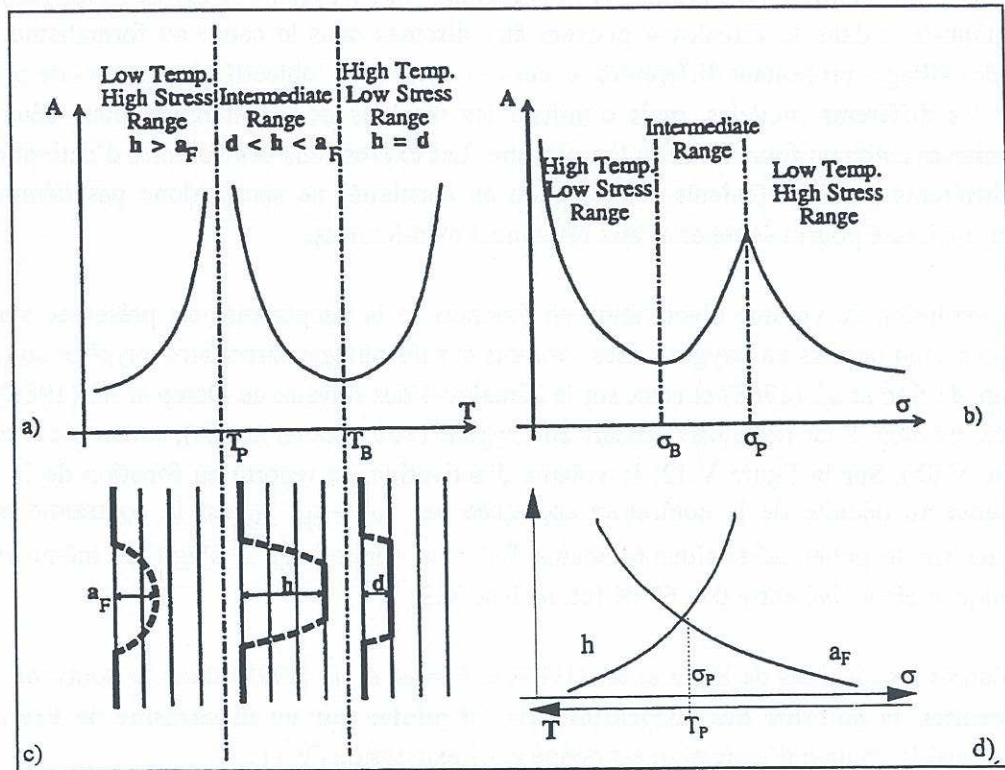


Figure V.10 : Schéma donnant l'évolution de l'aire d'activation  $A$  en fonction de la température  $T$  (a) et de la contrainte de cisaillement  $\sigma$  (b) ; configuration critique des dislocations associée à chacun des domaines de température (c et d) (d'après Farenc et al. 1995).

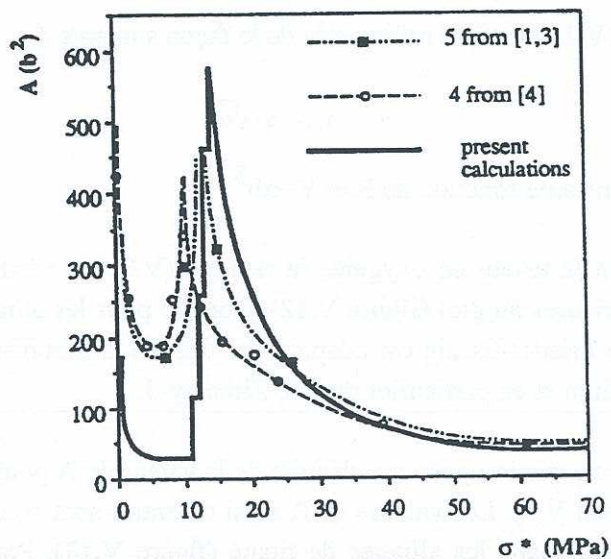


Figure V.11 : Aire d'activation  $A$  en fonction de la contrainte visqueuse : comparaison entre calculs et expériences [1,3 = Naka et al. 1983, 1988] et [4 = Akhtar 1975] pour des alliages de titane (Farenc et al. 1995).



Nous allons montrer dans la suite de ce paragraphe que les résultats obtenus dans les alliages de zirconium- $\alpha$  et dans le Zircaloy-4 peuvent être discutés dans le cadre du formalisme précédent pour des alliages présentant différentes teneurs en oxygène. L'objectif n'est pas ici de présenter en détail les différents modèles, mais d'utiliser les résultats de la littérature pour déterminer les mécanismes actifs en fonction de la température. Les expressions des volumes d'activation déduits des différents modèles (calculs d'interaction en élasticité) ne seront donc pas démontrées. Le lecteur intéressé pourra se reporter aux références mentionnées.

L'évolution du volume d'activation en fonction de la température est présentée sur la figure V.8 pour cinq teneurs en oxygène. Les résultats sur les alliages zirconium-oxygène sont issus des travaux de Soo *et al.* (1968) et ceux sur le Zircaloy-4 des travaux de Derep *et al.* (1989) et de nos propres travaux. Pour de faibles teneurs en oxygène (800 ppm en atome), aucun pic n'est observé (figure V.8b). Sur la figure V.12, le volume d'activation est reporté en fonction de la contrainte visqueuse  $\tau_v$  déduite de la contrainte appliquée par  $\tau_v = \tau - \tau_\mu$ ,  $\tau_\mu$  est la contrainte athermique obtenue sur le palier athermique (domaine D<sub>2</sub>) : on suppose qu'il s'agit du même mécanisme thermiquement activé entre 0 et 600K (cf. tableau V.3).

D'après les résultats de Biget *et al.* (1989) et Farenc *et al.* (1995) **dans le domaine des fortes contraintes, la mobilité des dislocations vis est pilotée par un mécanisme de Friedel-Escaig** pour lequel le volume d'activation est donné par l'expression (V.1) :

$$V = \frac{2^{5/2} R^{3/2} T^{1/2}}{3\tau_v^2 b} \quad (V.1)$$

où R est l'énergie de recombinaison dans le ou les plans d'étalement secondaires et  $T=0,1\mu b^2$  la tension de ligne.

L'expression (V.1) peut être reformulée de la façon suivante :

$$\tau_v = A/\sqrt{\alpha} \quad (V.2)$$

avec A une constante fonction de R et  $V=\alpha b^3$ .

Quelle que soit la teneur en oxygène, la relation (V.2) est vérifiée pour les fortes contraintes (contraintes supérieures au pic) (figure V.12). Comme pour les alliages de titane, on montre ainsi que le modèle de Friedel-Escaig est adapté pour décrire la mobilité des dislocations vis dans les alliages de zirconium et en particulier dans le Zircaloy-4.

L'énergie de constriction peut être déduite de la valeur de A pour les différentes concentrations en oxygène (tableau V.3). Les valeurs de R ainsi obtenues sont comparées à celles rapportées par Farenc *et al.* (1995) dans les alliages de titane (figure V.13). Pour le titane- $\alpha$  comme pour le zirconium- $\alpha$  l'énergie de constriction du ou des plans d'étalement secondaires augmente en fonction de la concentration en oxygène. De plus, R est toujours supérieure dans Zr- $\alpha$  comparativement à Ti- $\alpha$ . En accord avec les travaux de Escaig (1968), R est proportionnelle à l'énergie de faute d'empilement dans le plan d'étalement secondaire. Par le calcul (modèle de liaisons atomiques fortes), le plan d'étalement pour un alliage de zirconium pur est le plan de base



(Legrand 1985). Le rapport des énergies de constriction des alliages de titane et de zirconium,  $R_{Zr}/R_{Ti}=1,6$  extrapolé pour des alliages purs ( $O_{eq}=0$ ) est de l'ordre de grandeur du rapport des énergies de faute d'empilement du plan de base  $\gamma_{Zr}/\gamma_{Ti}=1,2$  (valeurs obtenues par calcul pour des alliages purs). De plus, lorsque la teneur en oxygène augmente, le rapport  $R_{Zr}/R_{Ti}$  diminue pour atteindre une valeur de 1,1 pour des concentrations en oxygène proche de celle du Zircaloy-4. Il semble donc que le plan d'étalement secondaire soit le plan de base comme l'ont suggéré des travaux antérieurs (cf. chapitre I).

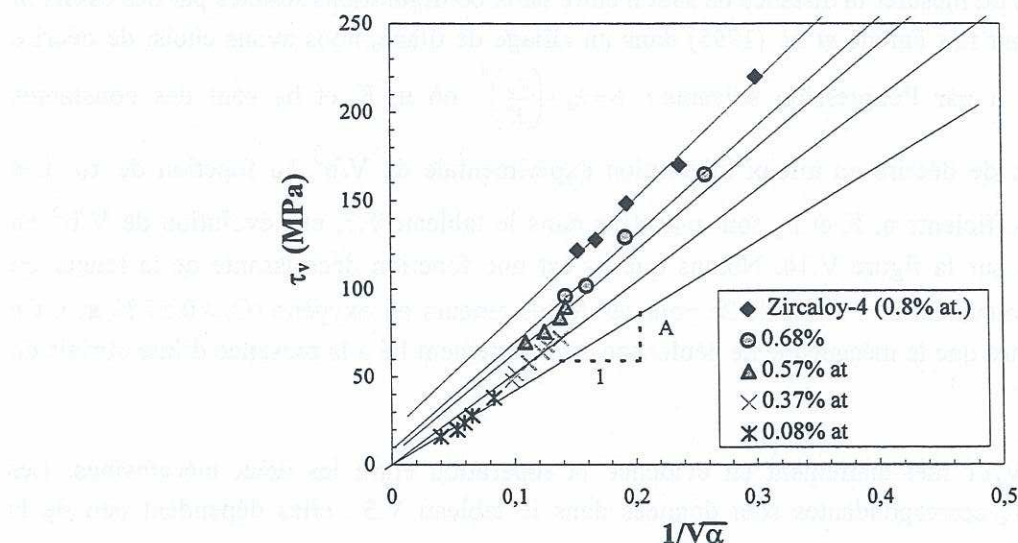


Figure V.12 : Identification du paramètre  $A$  de l'équation V.2 ( $V=ab^3$ ).

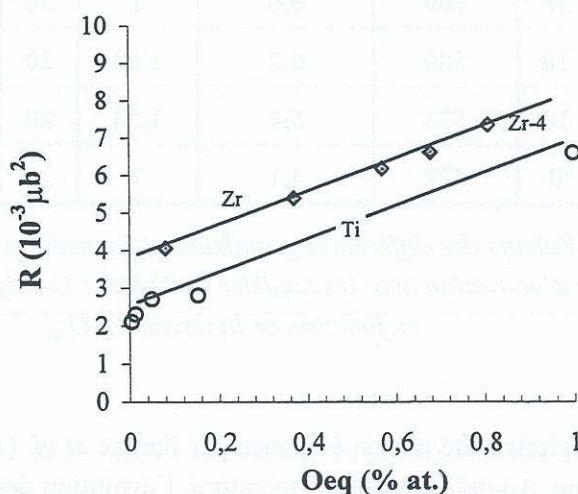


Figure V.13 : Energie de constriction  $R$  en fonction de la teneur en  $O_{eq}$ .



Pour des contraintes inférieures au pic de volume d'activation, la mobilité des dislocations vis est pilotée par un mécanisme de double décrochement (extension du modèle de Peierls). D'après Hirth et Lothe (1982) le volume d'activation s'exprime comme :

$$V = \left( \frac{\mu b^3 h^3}{8\pi\tau_v} \right)^{1/2} \quad (V.3)$$

N'ayant pas pu mesurer la distance de saut  $h$  entre deux configurations sessiles par des essais *in situ* comme l'ont fait Farenc *et al.* (1995) dans un alliage de titane, nous avons choisi de décrire l'évolution de  $h$  par l'expression suivante :  $h = h_s + \left( \frac{\tau_v}{K} \right)^n$  où  $n$ ,  $K$  et  $h_s$  sont des constantes identifiées afin de décrire au mieux l'évolution expérimentale de  $V/b^3$  en fonction de  $\tau_v$ . Les valeurs des coefficients  $n$ ,  $K$  et  $h_s$  sont reportées dans le tableau V.3, et l'évolution de  $V/b^3$  en fonction de  $\tau_v$  sur la figure V.14. Notons que  $h_s$  est une fonction décroissante de la teneur en oxygène ; sa valeur est de l'ordre de  $2c$  pour les fortes teneurs en oxygène ( $O_{eq} > 0,57$  % at.). Ce résultat démontre que le mécanisme de déblocage est étroitement lié à la présence d'interstitiels du type oxygène.

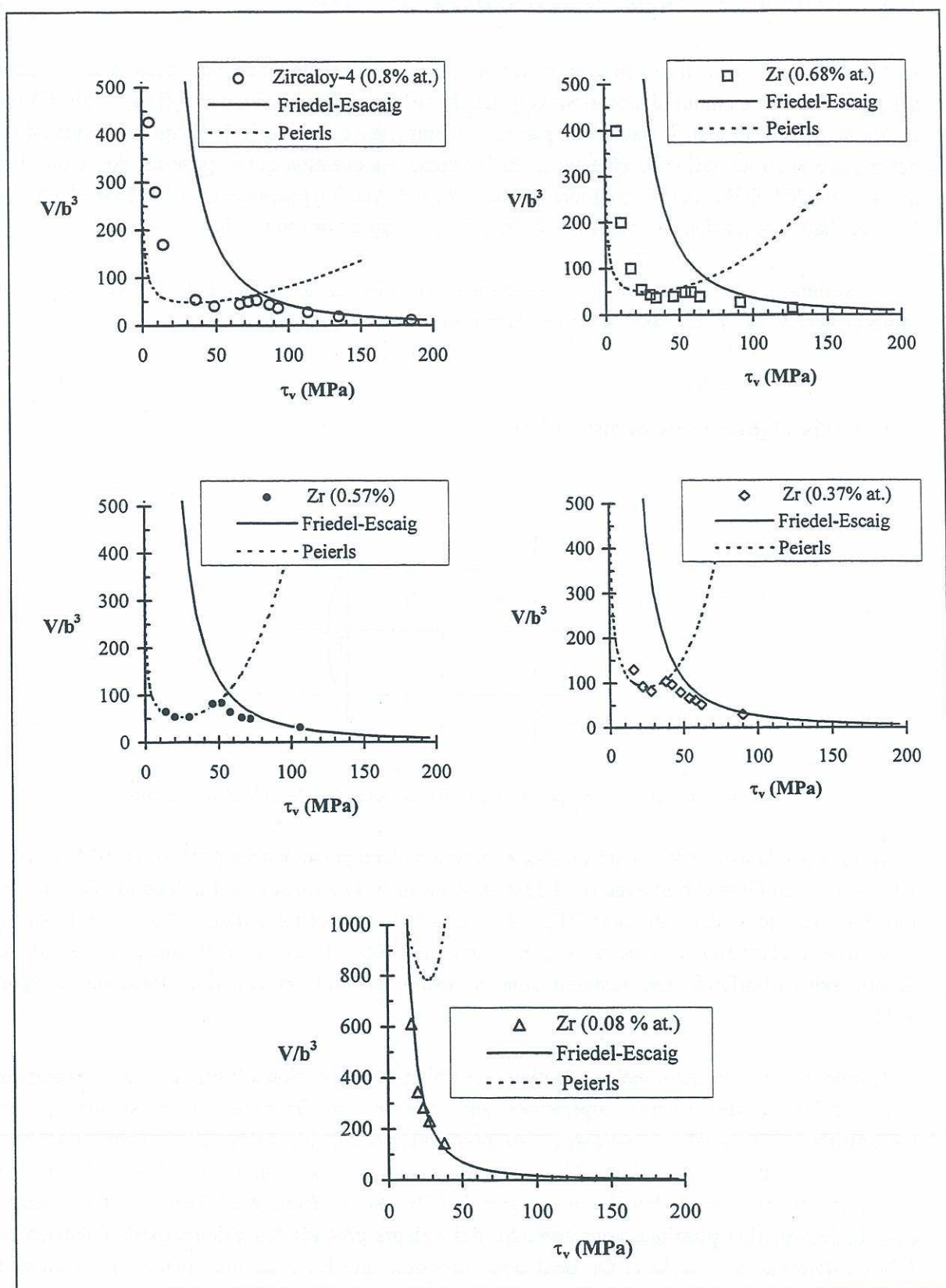
La figure V.11 met clairement en évidence la séparation entre les deux mécanismes. Les températures  $T_c$  correspondantes sont données dans le tableau V.3 ; elles dépendent peu de la teneur en  $O_{eq}$ .

% $O_{eq}$	$\tau_\mu$	A (MPa)	R ( $10^{-3} \mu b^2$ )	$h_s$ (nm)	K	n	$T_c$ (K)
0,81	35	659	7,4	1	20	1,7	300
0,68	38	609	6,6	1	20	2	280
0,57	18	580	6,2	1,03	20	2,6	290
0,37	10	523	5,4	1,54	20	3	290
0,08	0	422	4,1	7	20	5	

**Tableau V.3 :** Valeurs des différentes grandeurs et paramètres utilisés pour évaluer les volumes d'activation avec les modèles de Friedel-Escaig et de Peierls, en fonction de la teneur en  $O_{eq}$ .

Le mécanisme de Peierls a été mis en évidence par Farenc *et al.* (1995) jusqu'à 473K (200 °C) pour un alliage de titane. Au-delà de cette température, l'évolution des volumes d'activation et des contraintes de cisaillement mettent en évidence un palier athermique (domaine  $D_2$ ). On peut supposer que dans ce régime le mécanisme de Peierls est toujours actif (présence de longs dipôles vis), l'activation thermique étant suffisante pour vaincre les obstacles à courte distance.





**Figure V.14 :** Volume d'activation  $V$  en fonction de la contrainte visqueuse  $\tau_v$  pour différentes teneurs en  $O_{eq}$  : données expérimentales et valeurs déduites des modèles de Friedel-Escaig et de Peierls.



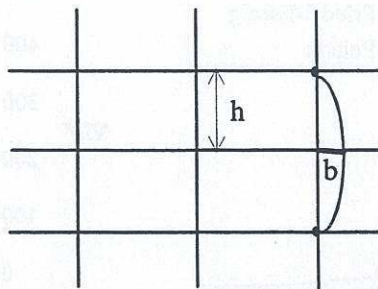
### V.3.2 Domaine des hautes températures $D_3$ ( $T_2 < T < T_3$ ).

Le domaine  $D_3$  met en évidence un nouveau régime thermiquement activé associé généralement à l'interaction dynamique dislocation-oxygène. Notre seconde température d'étude (350 °C) est comprise dans ce domaine. Dans cette gamme de température, les essais de fluage et de relaxation ont montré la structuration de réseaux de dislocations. La question qui se pose est de savoir si le mécanisme de Peierls contrôle toujours la vitesse de déformation plastique ou s'il est *supplanté* par le mécanisme d'émission de boucles de dislocations au niveau des sous joints.

Le volume d'activation associé au mécanisme d'émission de dislocations à partir des sous-joints (figure V.15) s'écrit sous la forme (Morris et Martin 1984) :

$$V \approx 2 h b^2 \quad (V.4)$$

$h$  étant la taille du réseau de dislocations.

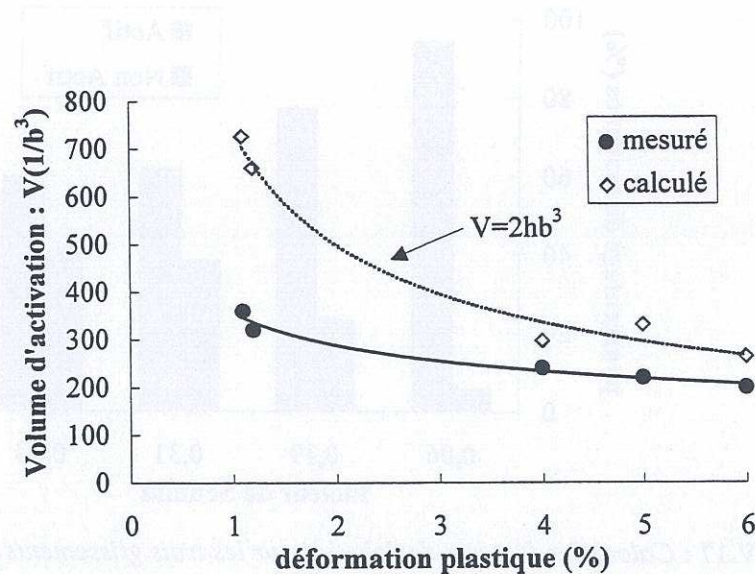


**Figure V.15 :** Sous-joint de torsion à deux familles de dislocations

Notons que la valeur de 2 a été vérifiée expérimentalement par Morris et Martin (1984) dans un alliage d'Al-Zn ( $V = \alpha h b^2$  avec  $\alpha = 1,3 \pm 0,4$ ). A partir des mesures de  $h$  (tableau IV.3), obtenues lors des différentes observations en MET des essais dans la direction axiale à 350 °C ( $1 \leq \epsilon_p \leq 6\%$ ), le volume d'activation associé à ce mécanisme peut être directement évalué pour différentes déformations plastiques. Les résultats sont comparés aux valeurs expérimentales sur la figure V.16.

Quelle que soit la déformation plastique, le volume d'activation déterminé avec l'expression (V.4) conduit à des valeurs supérieures aux valeurs expérimentales. Ceci signifie que le mécanisme de friction de réseau associé au mouvement des dislocations vis continue à gouverner la vitesse de déformation plastique. Notons néanmoins que les valeurs de volume d'activation associées à l'émission de boucles au niveau des structures hétérogènes décroissent rapidement avec la déformation plastique pour atteindre des valeurs proches des valeurs expérimentales dès 6 % de déformation plastique. On peut donc supposer que les deux mécanismes gouvernent la déformation plastique à ce niveau de déformation. Cette conclusion est appuyée par l'observation de longs dipôles vis en présence de sous-joints après 8 % de déformation en traction dans la direction axiale.





**Figure V.16 :** Comparaison des volumes d'activations déterminés expérimentalement et à partir du mécanisme d'émission de dislocations aux sous-joints (X1 Rx à 350 °C).

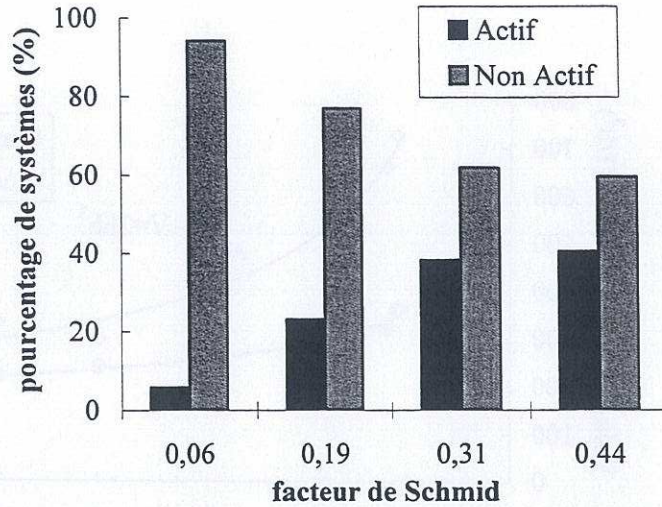
#### V.4 ECART A LA LOI DE SCHMID

Un écart à la loi de Schmid a été relaté dans la littérature pour les alliages de Ti- $\alpha$  et de Zr- $\alpha$ . Cet écart a notamment été mis en évidence par Naka (1983) pour le glissement prismatique sur des monocristaux de Ti- $\alpha$  sollicités en traction à température ambiante. Ce dernier explique cet écart par la non planéité du cœur des dislocations vis. Il met en évidence une corrélation directe entre la cisssion critique résolue du glissement prismatique et le facteur de Schmid des deux plans pyramidaux  $\langle a \rangle \pi_1$  associés : si le facteur de Schmid est très faible pour un des deux plans pyramidaux, la recombinaison du cœur est difficile et la cisssion critique est plus élevée.

Nous avons essayé de faire une analyse similaire pour l'échantillon sollicité en traction dans la direction axiale jusqu'à 1 % de déformation à température ambiante : lors des observations en MET, seul le glissement prismatique a été observé. Le matériau étant polycristallin, le calcul (analytique) des facteurs de Schmid nécessite de faire une hypothèse forte d'uniformité du champ de contrainte dans les grains. Le calcul a été effectué pour les trois glissements prismatiques possibles des quarante grains observés en MET.

Une première analyse des résultats est donnée sous forme d'histogramme sur la figure V.17 (pourcentage de systèmes actifs en fonction du facteur de Schmid). Les systèmes actifs ont majoritairement des forts facteurs de Schmid, mais plus de 60 % des systèmes dont le facteur de Schmid est compris entre 0,36 et 0,5 sont non actifs. Une étude systématique des facteurs de Schmid des glissements  $\langle a \rangle B$  et  $\langle a \rangle \pi_1$  n'a pas permis de mettre en évidence une corrélation entre ces valeurs et l'activité du glissement prismatique. Une tentative plus grossière en considérant la contrainte normale s'est avérée aussi peu concluante.





**Figure V.17 :** Calcul des facteurs de Schmid pour les trois glissements prismatiques des 40 grains observés après un essai de traction interrompu à  $\varepsilon_p=1\%$  (U483 à 20 °C).

Etant donné le caractère polycristallin de notre matériau (incompatibilité de déformation entre les grains), l'analyse précédente en supposant un champ de contrainte uniforme peut expliquer en partie les résultats obtenus, mais ne nous semble pas suffisante. Outre le caractère non planaire du cœur des dislocations, deux autres phénomènes pourraient influencer les résultats de notre analyse :

- la présence de contraintes résiduelles dues au procédé de fabrication ;
- la nature des dislocations initialement présentes aux joints de grains, ces dernières servant de source au début de la déformation plastique.

## V.5 LES ELEMENTS ESSENTIELS A RETENIR POUR LA MODELISATION

D'après l'analyse de l'ensemble de nos résultats, la **texture** apparaît comme la principale source d'anisotropie. Elle peut être prise en compte dans la modélisation par l'intermédiaire de la FDOC qui donne, pour un nombre fini d'orientations cristallines, la fraction volumique de grains associée à chacune de ces orientations.

La déformation plastique du matériau résulte du mouvement des dislocations ; d'après nos observations en MET, le maclage joue un rôle secondaire et peut être négligé dans la gamme de déformation étudiée. Quatre familles de **systèmes de glissement** ont été observées ( $\langle a \rangle P$ ,  $\langle a \rangle \pi_1$ ,  $\langle a \rangle B$ , et  $\langle c+a \rangle \pi_1$ ), leur activation respective dépendant de la température et de la direction de sollicitation. Le glissement principal est le glissement prismatique  $\langle a \rangle P$ , le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  permet d'accommoder la déformation selon l'axe  $\langle c \rangle$  ; le faible pourcentage de glissement basal  $\langle a \rangle B$  observé lui confère un rôle secondaire. D'après la littérature, en accord avec nos observations en MET, les contraintes de cisaillement critique des différents systèmes de glissement peuvent être ordonnées de la manière suivante :

$$\tau_P^c < \tau_{\pi_1 \langle a \rangle}^c < \tau_B^c < \tau_{\pi_1 \langle c+a \rangle}^c$$



D'après la littérature, les glissements secondaires sont plus sensibles à la vitesse que le glissement prismatique, ce qui est confirmé par nos résultats expérimentaux.

Des écarts à la loi de Schmid ont été mis en évidence dans la littérature pour les alliages de Ti- $\alpha$  et de Zr- $\alpha$ . Ces écarts, rencontrés en particulier pour le glissement prismatique, sont associés à la structure non planaire du cœur des dislocations. Il n'existe pas, à notre connaissance, d'étude expérimentale ayant conduit à un nouveau critère d'activation des systèmes de glissement. Certains auteurs proposent d'introduire un effet de la contrainte normale dans le critère d'écoulement, mais ceci ne nous semble pas acceptable. La loi de Schmid a donc été retenue dans notre modélisation, malgré une certaine incertitude introduite, de fait, à ce niveau.

L'écrouissage du matériau semble dû essentiellement à l'évolution des contraintes internes, l'écrouissage latent restant a priori modéré dans le Zircaloy-4. De manière générale, neuf interactions durcissantes sont possibles pour les matériaux hexagonaux (Feaugas, 1994). Il paraît raisonnable dans notre cas, pour simplifier la modélisation, de se limiter à trois types d'interaction :  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$ ,  $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$  et  $\langle c+a \rangle / \langle c+a \rangle$ . La chute de la contrainte effective athermique en début d'écoulement plastique ne sera pas pris en compte dans la modélisation, également pour simplifier notre approche. On peut donc s'attendre à quelques écarts entre expérience et modélisation en début d'écoulement plastique ; en particulier le crochet de traction rencontré dans la direction axiale ne sera pas décrit.

A température ambiante, l'évolution des contraintes internes est d'origine purement intergranulaire, la déformation restant homogène à l'intérieur des grains. De par le caractère polycristallin de la modélisation retenue, ces contraintes seront prises en compte de manière intrinsèque. A 350 °C, la déformation dans les grains devient hétérogène, des sous-structures se mettant en place lors des phases de fluage ou de relaxation. Il devient donc nécessaire dans la modélisation de prendre en compte l'évolution de contraintes internes d'origine intragranulaire et les phénomènes de restauration par le temps.

La déformation est contrôlée principalement par une forte friction de réseau. Le mécanisme de Peierls semble toujours actif à 350 °C. Ce type de mécanisme s'intègre bien dans le cadre de la théorie des **processus thermiquement activés** qui sera retenue pour décrire l'évolution des vitesses de déformation à l'échelle des systèmes de glissement.



*En résumé*

*Les résultats des essais mécaniques et des observations en MET ont été mis en regard dans ce chapitre. Quelques analyses complémentaires ont été nécessaires pour dégager les éléments essentiels à retenir pour la modélisation. Le résultat de ces analyses et les principaux éléments à l'origine des déformations plastiques sont résumés ci-après.*

- \* La déformation plastique est accommodée par l'intermédiaire de quatre systèmes de glissement. Notre approche nous a permis d'apprécier le rôle respectif de chacun. L'activation plus ou moins facile du glissement prismatique  $\langle a \rangle P$  en fonction de la direction de chargement (effet de texture), semble être à l'origine de l'anisotropie de la surface de charge. Le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  est le glissement secondaire le plus actif, son activation étant favorisée par la température. Le glissement basal  $\langle a \rangle B$  est le glissement le moins actif quelle que soit la direction de chargement. Le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  est actif dès lors qu'il faut accommoder la déformation suivant l'axe  $\langle c \rangle$ . Sa cission critique est nettement supérieure à celle des autres systèmes. Le maclage, peu observé à 20 °C pour les faibles déformations ( $\epsilon_p \leq 4\%$ ), est encore moins actif à 350 °C.*
- \* Le glissement  $\langle c+a \rangle$  et le maclage étant susceptibles d'induire une rotation des axes  $\langle c \rangle$  du réseau cristallin, des analyses de texture ont été effectuées après 4 % de déformation plastique, à 20 et 350 °C, pour des chargements dans les directions circonférentielle et biaxée. Une légère modification de la texture a été quantifiée. L'axe  $\langle c \rangle$  des cristallites a tendance à se rapprocher de la direction radiale, favorisant ainsi l'activation du glissement prismatique pour ces directions de chargement. La question reste posée quant à l'effet de cette modification de texture sur le comportement macroscopique. La modélisation pourra être utilisée dans ce sens.*
- \* Des écarts à la loi de Schmid étant relatés dans la littérature, nous avons fait une tentative pour en apprécier la validité (calculs des facteurs de Schmid pour un essai de traction, avec l'hypothèse de contrainte uniforme). Les résultats de notre analyse vont dans le sens d'un écart au critère de Schmid, mais ne nous ont pas permis de dégager un autre élément pertinent que la contrainte de cisaillement critique pour l'activation du glissement prismatique.*
- \* L'écrouissage du matériau est dû essentiellement à l'évolution des contraintes internes  $X_i$ . Le taux d'écrouissage est directement relié au pourcentage de grains déformés et à la multiplicité du glissement. Les contraintes internes sont d'origine essentiellement intergranulaire à 20 °C (déformation homogène). A 350 °C, la présence de structures de dislocations met en évidence qu'une part des contraintes internes est d'origine intragranulaire. Des phénomènes de restauration par le temps seront également à prendre en compte dans la modélisation à cette température.*
- \* Les crochets de traction dans la direction axiale résultent, à notre avis, d'une combinaison de la chute de la composante athermique de la contrainte effective  $\Sigma_u$  et de l'augmentation de la contrainte visqueuse  $\Sigma_v$  en début d'écoulement. Dans un but de simplification, nous*



*n'avons pas cherché à modéliser les mécanismes à l'origine de la chute de  $\Sigma_\mu$  en début d'écoulement (cf. chapitre VI).*

- \* L'écrouissage latent étant a priori modéré, les interactions entre dislocations seront regroupées en trois types :  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$ ,  $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$  et  $\langle c+a \rangle / \langle c+a \rangle$ .*
- \* L'analyse des résultats expérimentaux permet de déceler des signes qui montrent que la sensibilité à la vitesse de déformation est plus élevée en présence de glissement secondaire. Ce résultat est en accord avec la littérature. Cependant, la mobilité des dislocations vis de type  $\langle a \rangle$  glissant dans le plan prismatique semble gouverner pour l'essentiel la vitesse de déformation plastique quelle que soit la direction de chargement.*
- \* Pour l'étude des mécanismes physiques thermiquement activés, nous avons repris une démarche initiée par Farenc et al. (1995) sur les alliages de titane, en partant des données de volume d'activation issues de notre étude et de la littérature pour les alliages de zirconium. Dans le domaine des faibles températures ( $T \leq 20^\circ\text{C}$ ), le modèle de Friedel-Escaig rend bien compte de l'évolution du volume d'activation  $V$  en fonction de la température. Entre  $20^\circ\text{C}$  et  $300^\circ\text{C}$ , l'évolution de  $V$  est correctement décrite par une extension du modèle de Peierls, appelée modèle de blocage-déblocage.*

*A  $350^\circ\text{C}$ , nous sommes en présence d'un nouveau régime thermiquement activé, associé généralement à l'interaction dynamique dislocation oxygène. Malgré l'apparition de réseaux de dislocations (en fluage et relaxation), nous avons montré que le mécanisme de Peierls, associé à une forte friction de réseau, gouverne toujours la vitesse de déformation plastique dans les faibles déformations ( $\varepsilon_p \leq 4\%$ ). Ce type de mécanisme s'intègre bien dans le cadre de la théorie des processus thermiquement activés qui sera retenue pour décrire l'évolution des vitesses de déformation à l'échelle des systèmes de glissement.*

---















---

## Chapitre VI

# Modélisation du comportement par une approche polycristalline

---

*Le point de départ de la modélisation est une approche de type micromécanique, utilisée avec succès pour des matériaux cubiques (Pilvin 1990, 1994, 1995), en prenant en compte la spécificité de la structure hexagonale du zirconium. Les choix effectués pour le comportement intragranulaire qui régit les mécanismes de glissement découlent de notre approche expérimentale : la synthèse des résultats présentée dans le chapitre précédent nous a permis de dégager les éléments essentiels à retenir.*

*La description de l'approche micromécanique est donnée dans le premier paragraphe de ce chapitre. Les liens avec les mécanismes de déformation sont indiqués au fur et à mesure de la présentation en précisant les hypothèses simplificatrices retenues.*

*Le deuxième paragraphe aborde successivement la procédure d'identification des paramètres du modèle et la comparaison entre simulations et expériences pour le produit X1 Rx. Les valeurs des paramètres matériau obtenues sont discutées en regard des mécanismes physiques associés. La comparaison entre simulations et expériences concerne les échelles macroscopique (essais mécaniques) et microscopique (quantification en MET). L'analyse des résultats permet de conclure sur les points forts du modèle ainsi que sur ses lacunes dans sa formulation actuelle.*



## VI.1 APPROCHE MICROMECHANIQUE DU COMPORTEMENT

Avant d'aborder les approches micromécaniques, revenons un instant sur les approches macroscopiques. La caractéristique principale de ces approches est de schématiser le matériau, vu de façon macro-homogène comme *une boîte noire*, en travaillant avec des variables définies à l'échelle de l'élément de volume de la mécanique des milieux continus. Le développement de ce type de modèle s'appuie principalement sur une analyse phénoménologique des résultats expérimentaux (voir Robinet 1995 et Schäffler 1997 pour des applications de cette approche au Zircaloy-4). Pour décrire les non linéarités du comportement mécanique, on introduit la notion de variables internes (ou cachées) qui permet de schématiser *l'état interne du matériau* dû à son histoire thermomécanique. Dans ces approches, l'anisotropie est introduite *via* une contrainte équivalente qui généralise la forme quadratique du critère de von Mises. Dans la mesure où ces modèles utilisent la règle de normalité pour construire la loi d'écoulement de la déformation viscoplastique, on comprend l'importance du choix de cette contrainte équivalente qui reste quadratique dans la majorité des applications.

L'identification de ce type de modèles de comportement nécessite une base expérimentale très conséquente englobant l'ensemble des sollicitations susceptibles d'être vues par la structure en service. Cet aspect est d'autant plus pénalisant lorsque les sollicitations vues par la structure sont difficilement reproductibles en laboratoire. C'est en particulier le cas pour les composantes de cisaillement vues par la gaine en Zircaloy-4 lors d'interaction avec les fragments d'une pastille fissurée ou lors de la propagation d'une fissure dans son épaisseur. Les essais pratiqués en laboratoire sur la géométrie tubulaire ne permettent pas d'étudier l'anisotropie de comportement en cisaillement ; ce fait conduit à des modèles qui ne sont pas complètement identifiés. On perçoit donc tout l'intérêt à développer des approches micromécaniques qui conduisent à des modèles de comportement réellement tridimensionnels. Avant d'aborder la présentation du modèle polycristallin développé dans ce travail, il faut noter que ces deux approches du comportement des matériaux ne sont pas antinomiques. Il est ainsi possible d'utiliser une modélisation micromécanique bien maîtrisée pour améliorer l'identification d'un modèle macroscopique en complétant la base expérimentale par des *essais numériques* difficilement réalisables sur les produits tubulaires de faible épaisseur.

L'idée forte des approches micromécaniques est la prise en compte, à des échelles pertinentes, d'informations microstructurales pour modéliser les mécanismes élémentaires de la déformation inélastique avec des variables dont la signification physique est plus clairement établie. Le matériau est donc considéré comme hétérogène à l'intérieur d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER) dont les propriétés mécaniques moyennes sont supposées constantes d'un échantillon de ce matériau à un autre. L'introduction de variables associées aux phénomènes physiques à une échelle microscopique doit naturellement améliorer le pouvoir prévisionnel de la modélisation.



Les nombreux travaux impulsés par le développement des matériaux composites ont permis le développement d'une méthodologie pour le traitement des matériaux hétérogènes qui comprend deux étapes essentielles :

- une étape de *représentation* où l'on définit les échelles caractéristiques d'hétérogénéité, les différentes phases associées à ces hétérogénéités, les paramètres mécaniques et physiques qui gouvernent le comportement de ces phases ;
- une étape de *changement d'échelle* où l'on cherche à relier les valeurs des grandeurs mécaniques à l'échelle des phases à celles des grandeurs macroscopiques qui définissent le comportement effectif du milieu homogène équivalent au matériau hétérogène étudié.

Dans ce travail, l'objectif n'est pas de reprendre de façon exhaustive toutes les étapes de cette démarche micromécanique mais au contraire d'utiliser l'expérience acquise depuis de nombreuses années par cette démarche sur les polycristaux pour l'appliquer aux alliages de zirconium. Le modèle polycristallin retenu dans notre étude est présenté dans les paragraphes suivants, en détaillant ces deux étapes. Les variables attachées aux différentes échelles et mécanismes retenus seront précisées au fur et à mesure de la présentation

### VI.1.1 L'étape de représentation

Les principales difficultés de cette démarche micromécanique sont les choix d'une échelle élémentaire représentative, des mécanismes élémentaires à introduire à cette échelle et de leur modélisation. Pour les matériaux métalliques, malgré les progrès réalisés sur la connaissance des mécanismes à l'échelle des dislocations, il est actuellement nécessaire d'adopter une description simplifiée de la microstructure. La majorité des modèles se limitent actuellement, pour effectuer le changement d'échelle, à l'introduction d'un seul niveau d'hétérogénéité qui est le grain. La présence d'éventuelles hétérogénéités à une échelle inférieure est prise en compte de manière indirecte dans la description du comportement intragranulaire. Pour un polycristal monophasé constitué de grains ayant la même morphologie, la définition des phases du matériau hétérogène retient comme caractéristique principale l'orientation cristalline. Le concept mécanique de phase cristalline, associée à une orientation particulière de la maille du cristal regroupe l'ensemble des grains du Volume Élémentaire Représentatif (VER) ayant cette orientation. De ce fait, une phase n'a pas de position géométrique précise par rapport aux autres grains de l'élément de volume représentatif.

D'un point de vue géométrique, cette description simplifiée du matériau hétérogène est donc réduite à la prise en compte de la texture cristallographique du matériau. Pour cela, on utilise la Fonction de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC) qui définit les grains par leur orientation cristalline par rapport au repère de l'échantillon (Béchade 1993) (à l'aide des trois angles d'Euler ( $\varphi_1$ ,  $\phi$ ,  $\varphi_2$ ),  $\phi$  étant l'angle entre la direction radiale du tube et l'axe  $c$  de la cristallite). La FDOC que l'on utilise sous forme discrète permet de décrire les phases et leur fraction volumique  $f_g$ . Dans la suite de ce paragraphe, on se place dans une phase donnée.



D'un point de vue mécanique, chaque phase est considérée comme un milieu continu dont le comportement tient compte de la structure hexagonale et des différents systèmes de glissement tels que nous les avons identifiés (cf. chapitre IV). Les variables associées au comportement de chaque phase sont les contraintes et déformations moyennées sur l'ensemble des grains ayant la même orientation ( $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ,  $\varepsilon^p$ )<sup>1</sup>. Chaque système de glissement cristallographique "s" retenu peut être défini par son tenseur d'orientation  $\mathbf{m}_s = (1/2) [\mathbf{n}_s \otimes \mathbf{l}_s + \mathbf{l}_s \otimes \mathbf{n}_s]$ ,  $\mathbf{n}_s$  étant la normale unitaire à son plan de glissement et  $\mathbf{l}_s$  sa direction de glissement. Les vitesses de déformations plastiques moyennes de chaque phase sont déterminées à partir des vitesses de glissement  $\dot{\gamma}_s$  de chacun des systèmes de glissement :

$$\dot{\varepsilon}^p = \sum_{s \in S} (\dot{\gamma}_s \mathbf{m}_s) \quad (\text{VI.1})$$

Pour définir complètement le comportement mécanique au niveau de chaque phase, il reste à préciser la loi d'écoulement qui relie la vitesse de glissement d'un système  $\dot{\gamma}_s$  à la cission résolue  $\tau_s$  sur ce système et les lois d'évolution des variables d'écrouissage intragranulaires. Il existe à ce niveau de nombreuses possibilités. On utilise classiquement la loi de Schmid<sup>2</sup> qui suppose qu'un système de glissement s, est actif lorsque sa cission résolue atteint une valeur critique  $\tau_\mu$ . Nos alliages ayant une composante visqueuse non négligeable, une formulation viscoplastique est utilisée pour traduire cette viscosité observée expérimentalement avec une expression de la forme suivante où apparaît l'écart entre la cission résolue et la cission critique :

$$\dot{\gamma}_s = \phi(F_s) \text{sgn}(\tau_s) \text{ avec } F_s = |\tau_s| - \tau_\mu. \quad (\text{VI.2})$$

Dans cette expression,  $\text{sgn}(\tau_s)$  désigne le signe de la cission résolue sur le système s,  $\phi$  étant une fonction positive qui mesure l'intensité de l'écoulement viscoplastique. Le choix d'une valeur nulle pour  $\phi$  lorsque  $F_s$  est négatif permet d'introduire un seuil dans cette loi d'écoulement et son inversion, dans le cas où le système est actif, conduit à :

$$|\tau_s| = \tau_\mu + \phi^{-1}(|\dot{\gamma}_s|) \quad (\text{VI.3})$$

ce qui permet de retrouver, à l'échelle du système de glissement, la décomposition de la cission en une partie athermique  $\tau_\mu$  et une partie thermiquement activée  $\tau_v = \phi^{-1}(|\dot{\gamma}_s|)$ . La fonction  $\phi$  est alors associée à un processus physique bien déterminé.

#### VI.1.1.1 La loi d'écoulement intragranulaire

Nous avons rappelé dans les chapitres précédents que la sensibilité à la vitesse de déformation est directement liée à la nature des interactions entre dislocations et obstacles à courte distance.

<sup>1</sup> Contrairement aux chapitres précédents, on réserve ici la notation  $\varepsilon$  pour les déformations à l'échelle du grain. Les déformations à l'échelle macroscopique sont notées  $\mathbf{E}$ .

<sup>2</sup> Des réserves ont été émises dans les chapitres précédents sur la validité de la loi de Schmid pour les alliages de zirconium. Cependant, nous n'avons pas pu dégager d'autres éléments pertinents dans le temps imparti pour effectuer cette thèse.



Le franchissement de ces obstacles par les dislocations a été traité dans le cadre de la théorie des processus thermiquement activés. La loi d'écoulement s'écrit sous la forme :

$$\dot{\gamma}_s = 2\dot{\gamma}_0^* \operatorname{sh}\left(\frac{\tau_v V}{kT}\right) \operatorname{sgn}(\tau_s) \quad \text{si} \quad \tau_v = |\tau_s| - \tau_\mu > 0 \quad (\text{VI.4})$$

$$\text{avec} \quad \dot{\gamma}_0^* = \rho_m b v_0 \Lambda \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{kT}\right) \quad (\text{VI.5})$$

$\tau_v$  étant la contrainte visqueuse,  $V$  le volume d'activation,  $\rho_m$  la densité de dislocations mobiles,  $b$  la norme du vecteur de Burgers,  $v_0$  la fréquence de Debye (fréquence de vibration atomique),  $\Lambda$  la distance de saut (qui dépend de la nature de l'obstacle),  $\Delta H_0$  la hauteur d'énergie intrinsèque de l'obstacle (à 0 K),  $k$  la constante de Boltzman et  $T$  la température en Kelvin. Un des intérêts de cette formulation est de faire apparaître explicitement le volume d'activation, pour lequel nous disposons d'informations quantitatives.

Remarques :

- 1) L'expression précédente (formulation en sinus hyperbolique), plus générale que l'expression développée en annexe A-I, prend en compte la possibilité de *sauts en retour* des dislocations (Poirier 1976). Elle s'écarte de la formulation en exponentielle lorsque  $\tau_v V \ll kT$ , situation rencontrée en fluage.
- 2) Elle est obtenue à partir d'un raisonnement sur une dislocation individuelle. Du fait du passage à la moyenne, les grandeurs  $\tau_v$ ,  $V$  et  $\Delta H_0$  ont maintenant un caractère pseudo-phénoménologique.
- 3) N'ayant pas de renseignements suffisamment précis sur l'évolution de la densité de dislocations mobiles  $\rho_m$ , et dans un souci de simplification,  $\dot{\gamma}_0^*$  sera considéré comme un paramètre constant dans notre approche.
- 4) L'aire balayée par une dislocation vis étant bien supérieure à celle balayée par une dislocation coin (cf. chapitre I),  $\dot{\gamma}_s$  dans la suite de notre étude, est associée uniquement à la mobilité des dislocations vis.

#### VI.1.1.2 Description de l'écrouissage intragranulaire

La loi d'écoulement décrite précédemment fait apparaître une première contribution à l'écrouissage intragranulaire avec la cisssion critique  $\tau_\mu$  dont il faut préciser l'évolution avec la déformation. Dans les formulations les plus simples, les glissements cumulés sur les systèmes sont choisis comme variables d'écrouissage (Caillaud 1987, 1992), tandis que, dans les formulations les plus complexes, des variables associées aux densités de dislocations sont introduites. Dans un premier temps, nous avons utilisé une description simple de cet écrouissage avec comme variables les glissements cumulés ( $\gamma_{cum}$ ) et une expression de la cisssion critique analogue à la loi de Voce ( $\tau_\mu = \tau_0 + Q [1 - \exp(-B\gamma_{cum})]$ ) qui introduit trois coefficients ( $\tau_0$ ,  $Q$  et  $B$ ) par famille de systèmes de glissement. L'annexe A-IV présente les résultats obtenus avec cette formulation de l'écrouissage pour le produit U483 à la température ambiante. Ce type de formulation présente



deux inconvénients majeurs : seule la comparaison avec les résultats macroscopiques permet de juger de sa pertinence et il est difficile de la faire *évoluer* (pas de lien direct avec les mécanismes physiques de déformation). Dans un second temps, il nous a donc paru plus judicieux d'introduire explicitement les variables densités de dislocations pour chaque système ( $\rho_s$ ) pour décrire l'écrouissage du matériau. En effet, les informations quantitatives obtenues en MET (cf. chapitre IV) nous permettront de juger des résultats obtenus à l'échelle intragranulaire. Les simplifications relatives dans notre approche sont directement reliées aux mécanismes physiques, ce qui permettra d'expliquer plus aisément une éventuelle carence de la modélisation. On retient ainsi pour exprimer l'évolution de la cission critique avec l'écrouissage l'expression classique :

$$\tau_\mu = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\sum_{r \in S} (A_{rs} \rho_r)} \quad (\text{VI.6})$$

où  $\tau_0$  est la cission critique initiale,  $\mu$  est le module de Coulomb,  $b$  la norme du vecteur de Burgers, ( $\alpha$ ,  $A_{rs}$ ) des coefficients qui quantifient l'auto-écrouissage et l'écrouissage latent (interactions dislocations-dislocations) et  $\rho_r$  la densité totale de dislocations du système  $r$  (notons qu'ici on ne distingue pas la nature des dislocations, vis ou coins). Dans cette expression, la présence du coefficient  $\alpha$  devant le radical permet de fixer à 1 (par convention) les termes diagonaux de la matrice d'écrouissage  $A_{rs}$ . Celle-ci peut prendre des formes variées. Une forme classique, qui introduit un seul coefficient supplémentaire  $q$ , est :  $A_{rs} = q + (1-q) \delta_{rs}$ . Avec  $q=1$ , on retrouve l'hypothèse de Taylor et une évolution de la cission critique, très usitée, qui ne fait intervenir que la densité de dislocations totales  $\rho_{\text{tot}}$  :

$$\tau_\mu = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\rho_{\text{tot}}} \quad (\text{VI.7})$$

Avec  $q=0$  (absence d'écrouissage latent), l'écrouissage sur un système de glissement n'est gouverné que par l'augmentation de sa densité de dislocations. La dépendance linéaire entre la contrainte d'écoulement et la racine carrée de la densité de dislocations totale a été établie expérimentalement sur le cuivre et l'argent avec une valeur de  $\alpha$  de 0,5 (Basinski 1979). Elle a également été établie pour d'autres métaux c.f.c. à différentes températures et pour des métaux à structure cubique centrée, avec toutefois des valeurs du paramètre  $\alpha$  ( $0 < \alpha < 1$ ) moins bien établies (en général plus faibles).  $\alpha$  peut être interprétée physiquement par le calcul d'interactions entre des dislocations parallèles ou sécantes (Friedel 1964).

Si l'on dispose d'informations quantitatives sur la matrice  $A_{rs}$  pour les polycristaux de structure cubique (Franciosi 1984), la littérature est moins abondante pour ceux de structure hexagonale. On notera cependant la synthèse de Lavrentev (1980) qui relate des données relatives au magnésium et au Zinc (métaux h.c. dont le glissement principal est le glissement basal). N'ayant pas d'information pour les alliages de zirconium, on se limitera donc pour le modèle à l'introduction de trois coefficients dans cette matrice :  $A_{aa}$  (resp.  $A_{cc}$ ) pour les interactions entre les systèmes  $\langle a \rangle / \langle a \rangle$  (resp.  $\langle c+a \rangle / \langle c+a \rangle$ ) et  $A_{ac}$  pour les interactions entre les systèmes  $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ . Nous avons rappelé au chapitre précédent, le lien entre l'écrouissage latent et le paramètre physique énergie de faute d'empilement - *stacking fault energy* -  $\gamma_{\text{sfe}}$  ( $\gamma_{\text{sfe}}$  est inversement proportionnelle à la taille du ruban de faute). Les valeurs de  $\gamma_{\text{sfe}}$  relatées dans la littérature pour les alliages de titane et de zirconium sont toujours supérieures à 100 mJ/m<sup>2</sup>. En supposant que l'on puisse étendre les



travaux de Franciosi (1984) sur les c.f.c. aux hexagonaux, cela signifie que l'écroutissage latent est modéré pour le Zircaloy-4.

Les variables densités de dislocations pour chaque système ayant été retenues pour décrire l'écroutissage intragranulaire, il faut préciser leur loi d'évolution avec la déformation plastique. On a choisi une expression qui semble avoir fait ses preuves pour les polycristaux de structure cubique (voir par exemple Tabourot 1992) et qui possède des justifications physiques (Essman et Mughrabi 1979) :

$$\dot{\rho}_s = \frac{|\dot{\gamma}_s|}{b} \left\{ \frac{1}{\lambda_s} - 2y_s \rho_s \right\} - R(\rho_s) \quad (\text{VI.8})$$

Dans cette loi d'évolution, apparaissent trois termes qui traduisent la compétition entre un taux de production de dislocations ( $1/\lambda_s$ ), un taux d'annihilation dynamique ( $2y_s \rho_s$ ) et un taux de restauration statique ( $R(\rho_s)$ ). Les deux premiers termes n'agissent que si le système de glissement est actif ( $|\dot{\gamma}_s| > 0$ ). Le terme de production est gouverné par une distance ( $\lambda_s$ ) caractérisant le libre parcours moyen. Dans les métaux c.f.c., le libre parcours moyen est généralement associé à une fonction décroissante de la déformation plastique : l'augmentation de la densité de dislocations *arbres de la forêt* ( $\rho_f$ ) diminue le libre parcours moyen des dislocations ( $\lambda_s = 1/\sqrt{\rho_f}$  pour une distribution homogène de dislocations). Dans notre cas, la mobilité des dislocations vis gère la vitesse de déformation plastique. La forte friction de réseau associée à ces dislocations fait qu'elles sont *seulement* ralenties par les dislocations arbres de la forêt. Le libre parcours moyen des dislocations vis est donc généralement de l'ordre de grandeur de la taille des grains. Cette explication est confirmée par l'observation de longs dipôles vis en présence de sous-structuration à 350 °C (cf. chapitre IV).

Pour simplifier la modélisation, nous avons négligé le glissement dû aux dislocations coins. Cependant, dans les premiers stades de la déformation, celui-ci est du même ordre de grandeur, voir supérieur à celui des dislocations vis. Notre matériau présentant une recristallisation complète, les sources de dislocations en début d'écoulement plastique sont donc situées aux joints de grains. Il en résulte un libre parcours moyen très faible pour les dislocations coins, de l'ordre de grandeur de la distance inter-dislocations dans les joints de grains. Pour prendre en compte cet aspect, sans toutefois introduire de manière explicite le glissement des dislocations coins, nous avons retenu, pour l'évolution de  $\lambda_s$  la formulation suivante :

$$\lambda_s = L_\infty + (L_0 - L_\infty) \exp(-k \gamma_{\text{cum}}^{(s)}) \quad (\text{VI.9})$$

où  $L_\infty$  est de l'ordre de la taille de grain et  $L_0$  de la distance inter-dislocations dans les joints de grains.

Le terme d'annihilation dynamique est aussi gouverné par une distance caractéristique ( $y_s$ ) associée au rayon de capture des dislocations de signe opposé.

Le terme de restauration statique est associé aux processus de montée qui ne se manifestent de façon conséquente qu'à température élevée. Il sera donc négligé par la suite compte tenu du domaine de température étudié.



Pour de nombreux modèles polycristallins, l'écroutissage intragranulaire est uniquement décrit par l'évolution de la cisssion critique avec la déformation. Cependant, comme nous l'avons mentionné précédemment, la présence ou le développement d'hétérogénéités dans le grain peuvent être également la source d'un écroutissage. Si, pour un monocristal sollicité de façon homogène par un champ de contrainte  $\sigma$ , la cisssion résolue sur un système se calcule directement en fonction du tenseur d'orientation  $\mathbf{m}_s$  ( $\tau_s = \sigma : \mathbf{m}_s$ ), on peut concevoir, qu'en présence d'une structure de dislocations (amas, cellules, ...), la contrainte qui gouverne le mouvement des dislocations *via* la loi d'écoulement soit différente de la contrainte moyenne dans le grain.

Ayant retenu le concept de phase comme unique niveau d'hétérogénéité pour le changement d'échelle, on travaille implicitement avec les valeurs moyennes des champs de contraintes dans les grains de même orientation. Il semble donc nécessaire d'introduire des variables supplémentaires pour décrire, de façon moyenne à l'échelle du grain, l'évolution de ces structure de dislocations. Là encore, de nombreuses possibilités sont offertes pour prendre en compte cet écroutissage, (Mughrabi 1983, Muller *et al.* 1993) qui va se traduire dans notre formalisme par une variable tensorielle d'écroutissage intragranulaire  $\mathbf{X}_g$  associée à la présence d'hétérogénéités de déformation à l'intérieur des grains. Dans ce cas, on modifie la relation classique du calcul de la cisssion résolue en projetant sur le système la contrainte qui agit effectivement sur les dislocations mobiles et qui vaut :  $\sigma - \mathbf{X}_g$ . Cette nouvelle source de contrainte interne (à longue distance) est athermique, on lui associe une variable interne tensorielle  $\alpha_g$  et un coefficient  $c_g$  selon :

$$\mathbf{X}_g = 2\mu c_g \alpha_g \quad (\text{VI.10})$$

La forme de la loi d'évolution de cette variable interne supplémentaire doit être développée sur la base de l'observation des hétérogénéités de déformation à l'intérieur des grains. A défaut, on peut retenir l'expression phénoménologique utilisée classiquement dans de nombreux modèles macroscopiques, proposée initialement par Armstrong et Frederik :

$$\dot{\alpha}_g = \dot{\epsilon}^p - d_g \alpha_g \parallel \dot{\epsilon}^p \parallel \quad (\text{VI.11})$$

$$\text{avec } \parallel \dot{\epsilon}^p \parallel = \left[ (2/3) \dot{\epsilon}^p : \dot{\epsilon}^p \right]^{1/2}.$$

Cette loi d'évolution, qui introduit un seul coefficient supplémentaire ( $d_g$ ), permet de limiter le niveau maximum de cette contrainte interne ( $J_2(\mathbf{X}_g) < 3\mu c_g / d_g$ ). Elle est bien adaptée aux sollicitations cycliques – c'est son domaine d'application privilégié en calcul de structures - car elle *polarise* cette contrainte interne. Ainsi, cette expression peut permettre une description de l'évolution des structures de dislocations sous sollicitations complexes. Dans notre cas, ce formalisme ne sera pas utile pour des déformations inférieures ou égales à 4 % (cf. chapitre IV). Il devient indispensable pour décrire le comportement du Zircaloy-4 détendu (Renouard 1999).

Dans ce paragraphe, nous venons de définir les phases retenues pour décrire les micro-hétérogénéités du matériau et les lois d'évolution des grandeurs mécaniques associées. **L'interaction entre ces phases, source de contraintes et de déformations hétérogènes**, est décrite au paragraphe suivant dans l'étape de changement d'échelle.



### VI.1.2 L'étape de changement d'échelle

La connaissance des grandeurs mécaniques dans chacune des phases ( $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ) permet de déterminer le comportement macroscopique associé au Volume Élémentaire Représentatif (VER). Pour déterminer les grandeurs macroscopiques, il suffit d'effectuer des moyennes spatiales sur le VER, que l'on peut ici assimiler à des moyennes d'ensemble sur les différentes phases données par la FDOC (on note  $g$  une phase,  $f_g$  sa fraction volumique et  $G$  l'ensemble de ces phases) :

$$\Sigma = \sum_{g \in G} (f_g \sigma) \quad \text{et} \quad E = \sum_{g \in G} (f_g \varepsilon) \quad (\text{VI.12})$$

La difficulté dans cette étape est de relier les grandeurs mécaniques locales ( $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ,  $\varepsilon^p$ ) aux grandeurs mécaniques globales ( $\Sigma$ ,  $E$ ,  $E^p$ ). D'un point de vue formel, la recherche des grandeurs mécaniques locales est équivalente à la résolution d'un problème de structure sur le VER avec des conditions aux limites sur le contour données par les grandeurs macroscopiques ( $\Sigma$ ,  $E$ ,  $E^p$ ). Compte tenu de la description incomplète de la microstructure du VER, cette résolution est impossible et on utilise un schéma simplifié qui intègre la présence d'un grand nombre de phases dans ce VER et leur distribution spatiale désordonnée. Ce schéma, qualifié d'autocohérent, est bien adapté aux polycristaux ; il permet une bonne description des interactions entre les grains (Zaoui 1985). Les approches à un site consistent à rechercher l'état de contrainte dans une phase, dont le comportement mécanique est connu, en la considérant comme une inclusion ellipsoïdale plongée dans un Milieu Homogène Equivalent (MHE) qui est précisément le milieu dont on cherche le comportement mécanique (cf. figure VI.1). Sous sa forme la plus générale en élastoplasticité, la loi de localisation traduisant cette schématisation s'écrit, dans le cas où l'élasticité est homogène, (Hill 1965) :

$$\dot{\sigma} = \dot{\Sigma} + \mathcal{L}^* (\dot{E}^p - \dot{\varepsilon}^p) \quad (\text{VI.13})$$

Dans cette expression d'apparence simple, l'estimation du tenseur d'ordre 4  $\mathcal{L}^*$  nécessite la résolution d'une équation implicite qui rend complexe son utilisation.

Le traitement du problème précédent, en particulier dans le cas d'un milieu élasto-viscoplastique, est très délicat et fait l'objet de recherches actuelles (Rougier 1995, Masson 1998). Le traitement numérique reste cependant trop lourd à l'heure actuelle pour en envisager une utilisation industrielle. On a donc choisi d'utiliser une approche plus pragmatique proposée par Pilvin (1990, 1994) dont on va en rappeler les fondements. En se limitant au cas d'un comportement *globalement isotrope* (texture isotrope et grains équiaxes) à élasticité homogène ( $\mu$  : module de Coulomb,  $\nu$  : coefficient de Poisson), il est possible d'exprimer un certain nombre de règles de localisation à l'aide de l'expression suivante :

$$\sigma = \Sigma + a \mu \{E^p - \varepsilon^p\} \quad (\text{VI.14})$$

On retrouve suivant la valeur du coefficient  $a$ , le modèle à contrainte uniforme ( $a=0$ ), le modèle de Lin-Taylor ( $a=2$ ) obtenu en supposant l'uniformité de la déformation totale ou bien l'approche autocohérente à accommodation élastique proposée par Kröner ( $a \sim 1$ ). Cependant, une



accommodation purement élastique, conduit à surestimer l'amplitude de l'hétérogénéité des contraintes intergranulaires. L'introduction d'une possibilité d'accommodation élastoplastique a été proposée par Hill, mais elle conduit à une relation intégrale implicite dont l'emploi est délicat. Il est cependant possible de simplifier cette relation (Berveiller & Zaoui 1979), en substituant, dans l'expression en vitesse proposée par Hill (VI.13), le tenseur  $\mathcal{L}^*$  par un module élastoplastique sécant (l'équation ainsi obtenue est valable uniquement pour les sollicitations monotones et radiales). Cela conduit à une dépendance du coefficient  $a$  avec l'état de déformation plastique macroscopique. La contrainte dans une phase peut être estimée par :

$$\sigma = \Sigma + 2\mu(1-\beta)\alpha \{E^p - \varepsilon^p\} \quad (\text{VI.15})$$

$$\text{avec} \quad \beta = \frac{2}{15} \frac{4-5\nu}{1-\nu} \quad \text{et} \quad \frac{1}{\alpha} = 1 + \frac{3}{2} \mu(1-\beta) \frac{\|E^p\|}{J_2(\Sigma)}.$$

On retrouve, au début de l'écoulement plastique,  $a = 2(1 - \beta) \sim 1$  comme pour le modèle de Kröner, mais la valeur de  $a$  diminue très rapidement avec la déformation, limitant ainsi l'amplitude de l'hétérogénéité des contraintes intergranulaires. On notera que l'évolution du coefficient  $a$  dépend du comportement global du polycristal.

Volume élémentaire représentatif,  $\Omega$  :

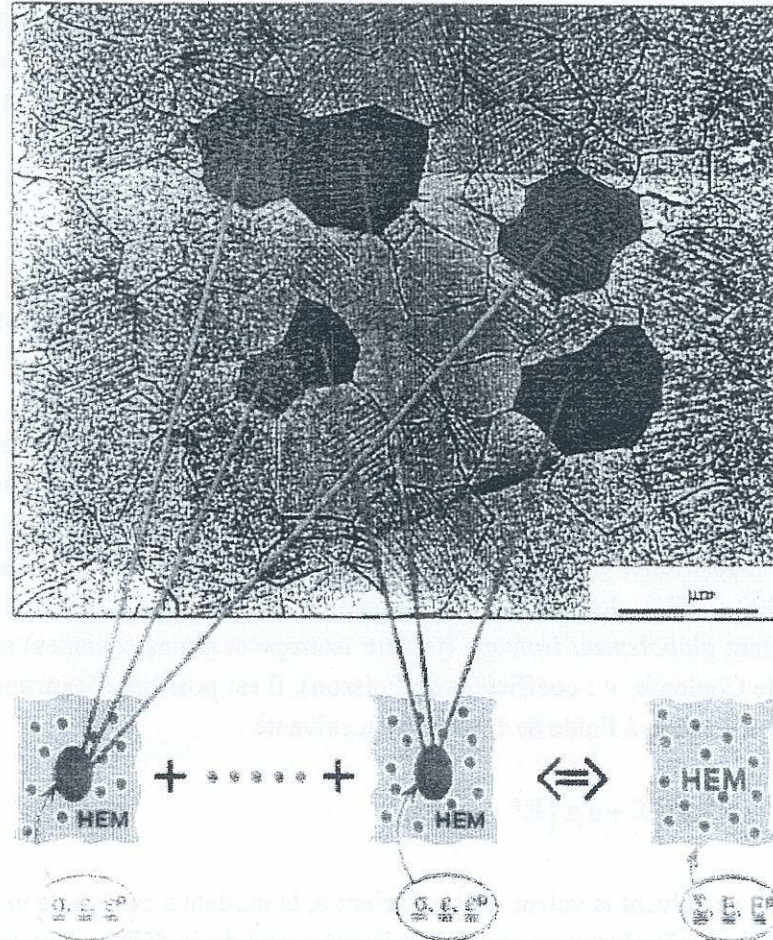


Figure VI.1 : Description du schéma autocohérent.



Pour étendre le champ d'application de ces modèles aux sollicitations cycliques, Pilvin (1990) introduit une variable d'accommodation intergranulaire  $\beta_g$  pour chaque phase qui permet de décrire une interaction non linéaire entre les phases et le MHE au cours de la déformation plastique. La règle de localisation est formulée a priori, sous une forme explicite, en prenant en compte une morphologie identique, assimilable à un ellipsoïde, pour l'ensemble des grains :

$$\sigma = \Sigma + \mathcal{C}(\mathbf{I} - \mathcal{S})\{\mathbf{B} - \beta_g\} \quad (\text{VI.16})$$

$$\dot{\beta}_g = \dot{\epsilon}^p - \Delta\{\beta_g - \delta \epsilon^p\} \|\dot{\epsilon}^p\| \quad (\text{VI.17})$$

avec  $\mathbf{B} = \sum_{g \in G} (f_g \beta_g) ;$

$\mathcal{C}$ : tenseur des modules d'élasticité (isotrope et homogène) ;

$\mathcal{S}$ : tenseur d'Eshelby pour une forme ellipsoïdale.

La loi d'évolution de cette nouvelle variable est contrôlée par la déformation inélastique de la phase et le second terme permet de limiter son amplitude quand la déformation augmente. On espère ainsi, comme dans l'approche de Berveiller et Zaoui, améliorer la règle de localisation de Kröner<sup>3</sup> qui conduit, de par son accommodation purement élastique, à une surestimation de l'hétérogénéité des contraintes dans le VER.

Cette approche pragmatique conduit bien sûr à une description approchée de l'accommodation intergranulaire. Mais la présence des coefficients ( $\Delta$ ,  $\delta$ ) dans la loi d'évolution des variables  $\beta_g$  autorise un possible recalage de leurs valeurs pour satisfaire aux mieux les conditions d'autocohérence du schéma d'homogénéisation. Cet aspect sera détaillé au paragraphe suivant dans la procédure d'identification des paramètres.

Dans le cas de grains équiaxes (matériau recristallisé), on peut raisonnablement assimiler la morphologie des phases à des sphères. Ceci conduit à une forme simplifiée de (VI.16) car les variables  $\beta_g$  sont déviatoriques et le tenseur d'Eshelby  $\mathcal{S}$  isotrope. On obtient alors :

$$\sigma = \Sigma + 2\mu(1-\beta) \{\mathbf{B} - \beta_g\} \quad (\text{VI.18})$$

Pour clore ce paragraphe, on peut souligner que le schéma proposé peut s'étendre au cas où l'élasticité des grains est anisotrope. Cette extension a été réalisée dans le cadre de ce travail, mais, compte tenu du faible écart à l'isotropie de l'élasticité du zirconium, elle a conduit à des résultats de simulation très peu différents de ceux obtenus avec l'hypothèse simplificatrice d'une élasticité isotrope.

<sup>3</sup> On retrouve exactement l'approche de Kröner en prenant une valeur nulle pour le coefficient  $\Delta$ .



### VI.1.3 Synthèse des équations du modèle polycristallin

Les équations du modèle sont résumés ci-après sans tenir compte de l'écrouissage intergranulaire  $\mathbf{X}_g$  associé à la présence d'hétérogénéités de déformation à l'intérieur des grains.

♦ Pour le VER (échelle macroscopique) :

$$\Sigma = \mathcal{C} (\mathbf{E} - \mathbf{E}^p) \quad \text{avec} \quad \mathbf{E}^p = \sum_{g \in G} f_g \varepsilon^p$$

$$\mathcal{C} = 2\mu \left\{ \mathbf{I} - \frac{\nu}{1-2\nu} \mathbf{1} \otimes \mathbf{1} \right\}$$

♦ Pour chaque phase (g) (échelle des grains) :

$$\sigma = \Sigma + 2\mu (1-\beta) \{ \mathbf{B} - \beta_g \} \quad \text{avec} \quad \mathbf{B} = \sum_{g \in G} (f_g \beta_g)$$

$$\dot{\beta}_g = \dot{\varepsilon}^p - \Delta \{ \beta_g - \delta \varepsilon^p \} \left\| \dot{\varepsilon}^p \right\|$$

$$\dot{\varepsilon}^p = \sum_{s \in S} \mathbf{m}_s \dot{\gamma}_s$$

♦ Pour chaque système s (échelle des grains) :

$$\tau_s = \sigma : \mathbf{m}_s$$

$$\tau_\mu = \tau_0 + \alpha \mu b \sqrt{\sum_{r \in S} (A_{rs} \rho_r)}$$

$$\dot{\gamma}_s = 2 \dot{\gamma}_0^* \operatorname{sh} \left\{ \frac{(|\tau_s| - \tau_\mu)^+ V}{k T} \right\} \operatorname{sgn}(\tau_s) \quad \text{avec} \quad (x)^+ = \max(x, 0)$$

$$\dot{\rho}_s = \frac{|\dot{\gamma}_s|}{b} \left\{ \frac{1}{\lambda_s} - 2 y_s \rho_s \right\} \quad \text{avec} \quad \lambda_s = L_\infty + (L_0 - L_\infty) \exp(-k \gamma_{\text{cum}}^{(s)})$$

$$\gamma_{\text{cum}}^{(s)} = \int_0^t (\dot{\gamma}^{(s)}) dt$$

En plus des coefficients  $\delta$  et  $\Delta$ , les paramètres matériau sont les suivants :

- $E$  et  $\nu$  associés à l'élasticité du matériau supposée isotrope et homogène
- $\tau_0$ ,  $\alpha$ ,  $V$ ,  $\dot{\gamma}_0^*$ ,  $y_s$ ,  $\rho_0$ ,  $L_0$ ,  $L_\infty$  et  $k$  pour chaque famille de système de glissement
- $A_{aa}$ ,  $A_{ac}$  et  $A_{cc}$  associés à la matrice d'interaction  $A_{rs}$



## VI.2 MODELISATION A TEMPERATURE AMBIANTE

Bien que plus physiques que ceux utilisés dans une approche macroscopique, les paramètres matériau introduits dans la modélisation polycristalline ne peuvent généralement pas être déduits avec suffisamment de précision directement à partir de la mesure de grandeurs physiques. Pour identifier ces paramètres, un processus d'identification numérique est donc introduit, cherchant à minimiser l'écart entre simulations et mesures des grandeurs macroscopiques obtenues lors des essais mécaniques. La démarche employée et les résultats obtenus à 20 °C sont présentés dans ce paragraphe. Les résultats reportés dans ce chapitre ne concernent que le produit X1 Rx.

Afin de tenir compte de la texture du matériau, nous avons travaillé sur une Fonction de Distribution d'Orientations Cristallines (FDOC) obtenue par la méthode vectorielle (Bacroix 1997). La texture est initialement exprimée sous forme discrète à partir de 1113 orientations de fraction volumique non nulle (2160 orientations au total) qui sont en fait le barycentre des cases explorées par le goniomètre. Afin de réduire les temps de calcul, cette texture est réduite à 240 orientations (cela revient à découper le triangle standard en 10 cases d'aire égale au lieu de 30). L'écart induit par cette réduction de la texture est très faible et négligeable pour les simulations. Les figures de pôles (00.2) et (10.0) du produit X1 Rx pour les 1113 et 240 orientations sont données sur la figure VI. Les densités de pôles ne sont pas données sous forme de courbe de niveaux mais sont directement reliées à la surface des points.

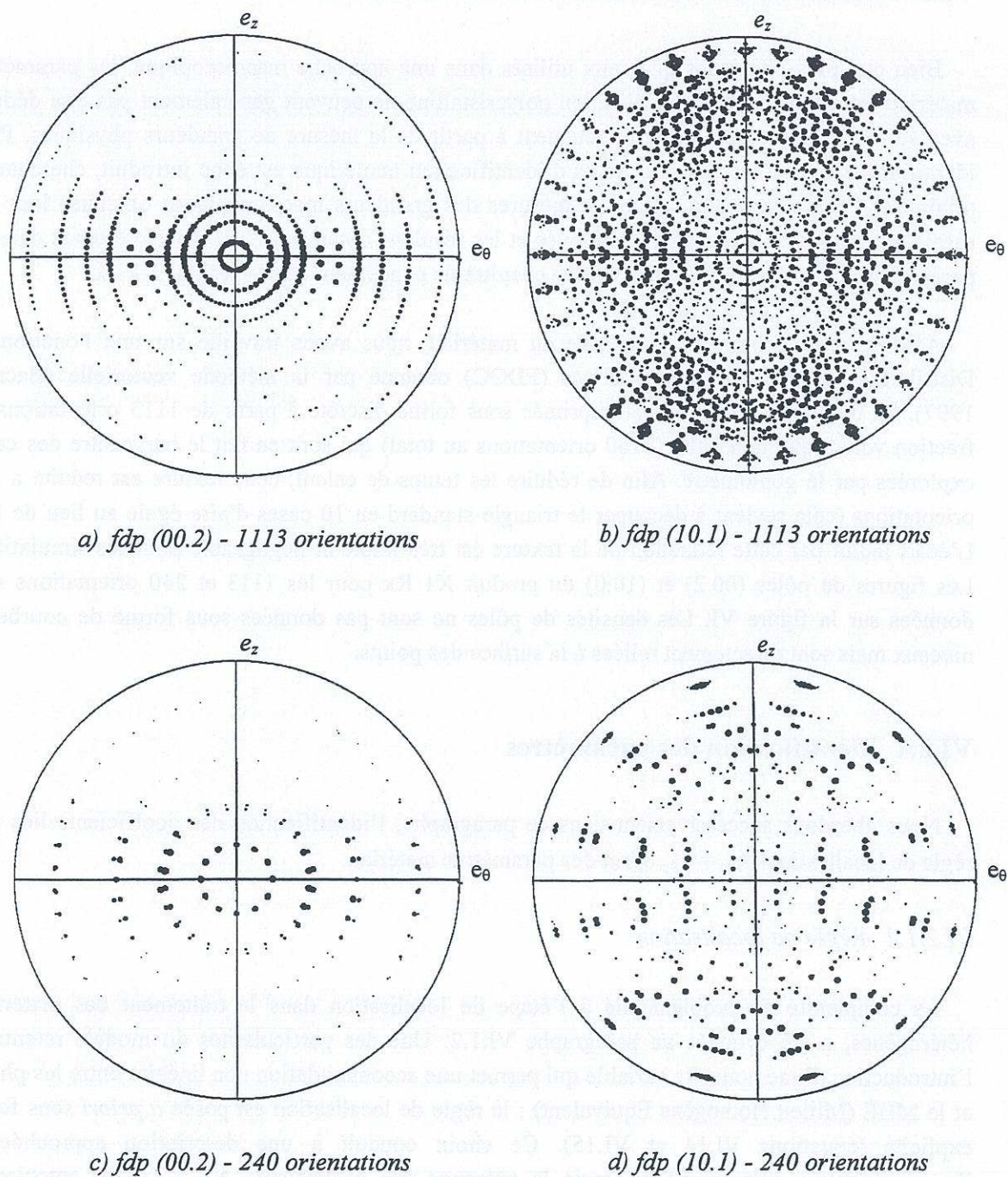
### VI.2.1 Identification des paramètres

Nous abordons successivement dans ce paragraphe, l'identification des coefficients liés à la règle de localisation ( $A_{sc} = (\Delta, \delta)$ ) et des paramètres matériau.

#### VI.2.1.1 Règle de localisation

La complexité du problème lié à l'étape de localisation dans le traitement des matériaux hétérogènes, a été évoquée au paragraphe VI.1.2. Une des particularités du modèle retenu est l'introduction d'une nouvelle variable qui permet une accommodation non linéaire entre les phases et le MHE (Milieu Homogène Equivalent) ; la règle de localisation est posée *a priori* sous forme explicite (équations VI.14 et VI.15). Ce choix conduit à une description approchée de l'accommodation intergranulaire, mais la présence des coefficients  $A_{sc} = (\Delta, \delta)$  autorise un possible recalage de leurs valeurs pour améliorer sa prédiction.





**Figure VI.2 :** Figures de pôles (00.2) et (10.0), associées à la FDOC utilisée pour la modélisation : textures complète (1113 orientations) et réduite (240 orientations) ; produit X1 Rx.

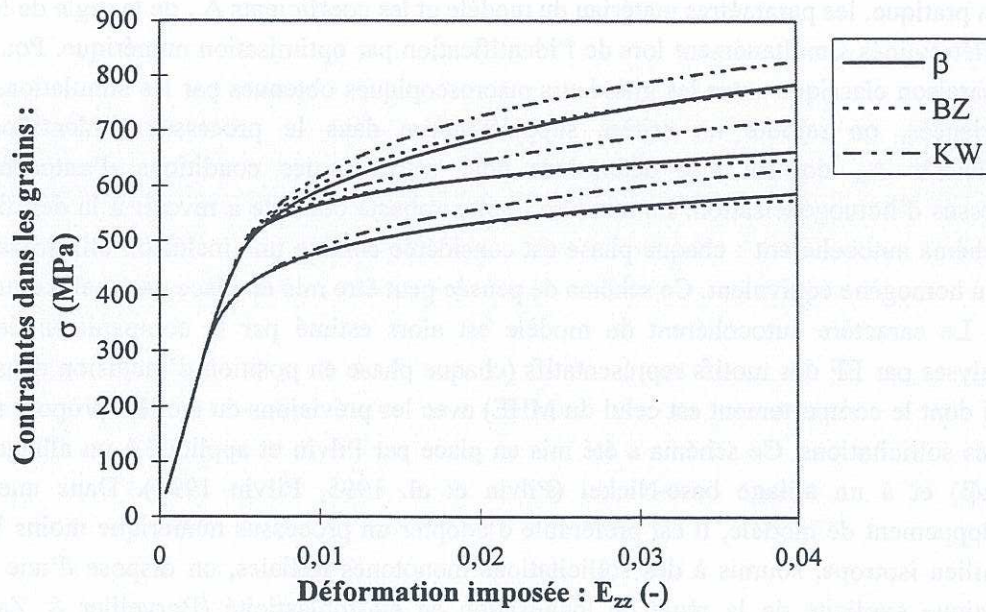


En pratique, les paramètres matériau du modèle et les coefficients  $A_{sc}$  de la règle de localisation sont déterminés simultanément lors de l'identification par optimisation numérique. Pour cela, à la comparaison classique entre les grandeurs macroscopiques obtenues par les simulations et par les expériences, on rajoute un critère supplémentaire dans le processus d'identification. Les coefficients  $A_{sc}$  doivent être déterminés pour respecter les conditions d'autocohérence du processus d'homogénéisation. La manière la plus robuste consiste à revenir à la définition même du schéma autocohérent : chaque phase est considérée comme une inclusion ellipsoïdale dans un milieu homogène équivalent. Ce schéma de pensée peut être mis en place par analyse aux éléments finis. Le caractère autocohérent du modèle est alors estimé par la comparaison des résultats d'analyses par EF des motifs représentatifs (chaque phase en position d'inclusion dans un milieu infini dont le comportement est celui du MHE) avec les prévisions du modèle proposé soumis aux mêmes sollicitations. Ce schéma a été mis en place par Pilvin et appliqué à un alliage de Titane (Ti- $\alpha\beta$ ) et à un alliage base-Nickel (Pilvin et al. 1995, Pilvin 1997). Dans une phase de développement de modèle, il est préférable d'adopter un processus numérique moins lourd. Pour un milieu isotrope, soumis à des sollicitations monotones radiales, on dispose d'une expression analytique explicite de la règle de localisation en élastoplasticité (Berveiller & Zaoui 1979). Considérons une texture isotrope dont chacune des phases a le comportement présenté dans le paragraphe précédent. Il est aisé, pour des sollicitations de traction, de comparer les contraintes et déformations obtenues dans chacune des phases par les deux règles de localisation (règle de Berveiller-Zaoui et *règle en  $\beta$*  proposée). La réduction de l'écart obtenu constitue le critère supplémentaire retenu pour respecter les conditions d'auto-cohérence. Cette méthodologie s'est avérée robuste dans plusieurs applications (Pilvin 1995, Vogel 1996). La validation par calculs EF du jeu de paramètres obtenu reste toujours possible a posteriori. Un exemple est donné en annexe A-V de l'utilisation d'une telle démarche dans le cas de la modélisation du comportement d'un acier inoxydable sous chargement cyclique.

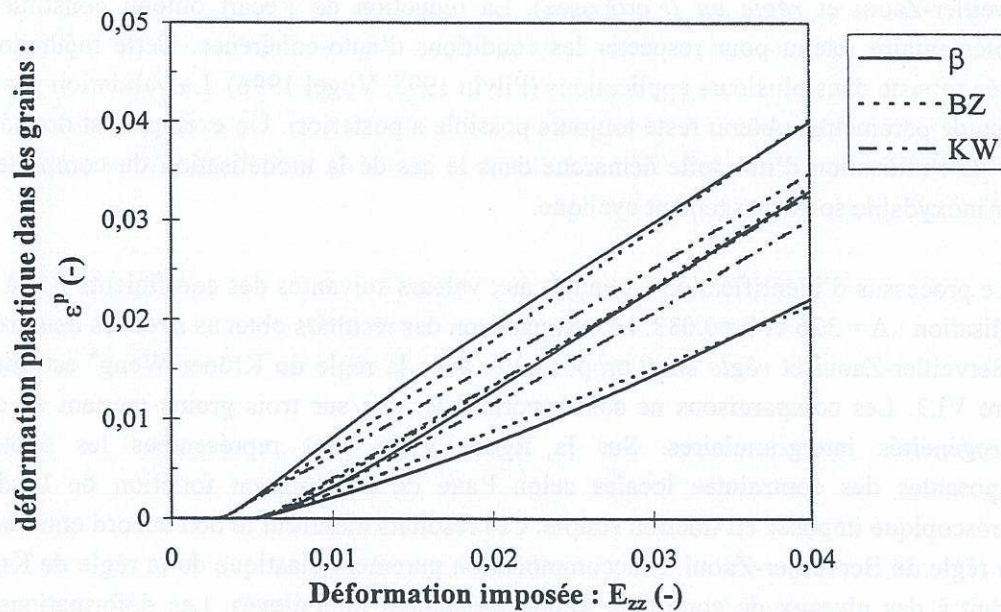
Le processus d'identification a conduit aux valeurs suivantes des coefficients liés à la règle de localisation :  $\Delta = 326$  et  $\delta = 0,033$ . La comparaison des résultats obtenus avec les deux règles (règle de Berveiller-Zaoui et *règle en  $\beta$*  proposée) et avec la règle de Kröner-Weng<sup>4</sup> est donnée sur la figure VI.3. Les comparaisons ne sont reportées ici que sur trois grains mettant en exergue les hétérogénéités intergranulaires. Sur la figure VI.3a sont représentées les évolutions des composantes des contraintes locales selon l'axe de traction, en fonction de la déformation macroscopique imposée en traction simple. Ces résultats montrent le bon accord entre la règle en  $\beta$  et la règle de Berveiller-Zaoui. L'accommodation purement élastique de la règle de Kröner-Weng conduit à des niveaux de contrainte systématiquement plus élevés. Les déformations plastiques sont reportées sur la figure VI.3b. L'accord entre la règle en  $\beta$  et la règle de Berveiller-Zaoui est toujours très bon ; les hétérogénéités de déformation sont nettement insuffisantes pour la règle de Kröner-Weng.

<sup>4</sup> On associe ici Weng à Kröner, car c'est l'un des premiers à avoir utilisé l'approche autocohérente à accommodation élastique en élastoviscoplasticité (Weng 1981).





a) Contraintes locales en fonction de la déformation macroscopique imposée.



b) Déformations plastiques locales en fonction de la déformation macroscopique imposée.

**Figure VI.3 :** Comparaison des règles de localisation de Berveiller-Zaoui (BZ), de Kröner-Weng (KW) avec la règle en  $\beta$  : contrainte et déformation plastique dans trois grains après un essai de traction simple (calcul avec une texture isotrope à 240 grains).



### VI.2.1.2 Identification des paramètres matériau

Les observations en MET ont révélées l'activation de quatre familles de systèmes de glissement et d'un système de maclage. Pour les niveaux de déformation qui nous intéressent ( $E^p \leq 4\%$ ), le maclage peut être négligé. Par contre, des travaux antérieurs (Geyer *et al.* 1999) effectués sur le produit U483 nous ont montré qu'aucun système de glissement secondaire ne pouvaient être négligé sans limiter les capacités de la modélisation. Etant donné le nombre de paramètres matériau associés aux systèmes de glissement, la présence de quatre familles nous conduit à un problème d'identification très complexe, dont la solution n'est pas unique (12 paramètres par famille avec la formulation présentée au §VI.1.3).

Pour simplifier la démarche, faute d'information précise sur les mécanismes associés, nous avons considéré certains paramètres identiques quelle que soit la famille de glissement, ou dépendant seulement de la *nature* du glissement ( $\langle a \rangle$  ou  $\langle c+a \rangle$ ) :

- les paramètres  $L_0$ ,  $L_\infty$  et  $k$ , associés au libre parcours moyen et la densité initiale de dislocations  $\rho_0$  sont supposés identiques pour les quatre familles de glissement ;
- les paramètres  $\dot{\gamma}_0^*$  et  $y_s$  sont supposés identiques pour les glissements  $\langle a \rangle P$ ,  $\langle a \rangle \pi_1$  et  $\langle a \rangle B$  ;
- les paramètres  $\tau_0$ ,  $\alpha$ , et  $V$  dépendent de la famille de glissement.

Avec les trois paramètres intervenant dans la matrice d'interaction ( $A_{aa}$ ,  $A_{ac}$  et  $A_{cc}$ ), cela nous conduit à 23 paramètres matériau à identifier, auxquels il faut ajouter les paramètres liés à l'élasticité ( $E$  et  $\nu$ ).

La littérature ne permet pas d'accéder à des valeurs précises de ces paramètres, mais donne des ordres de grandeur, ou des tendances en fonction des systèmes de glissement (cf. chapitre I pour les cisssions critiques et les volumes d'activation). Ces informations ont été intégrées dans le processus d'identification sur les valeurs initiales des paramètres et éventuellement sous forme d'intervalles de variation et/ou de valeurs relatives entre paramètres (sensibilité à la vitesse de déformation plus importante pour les glissements secondaires par exemple).

Malgré toute cette démarche de simplification, plusieurs *jeux de paramètres* peuvent conduire à une modélisation macroscopique analogue, pour des comportements intragranulaires assez différents. Il apparaît nécessaire de disposer d'informations complémentaires, directement reliées aux mécanismes de déformation. Notre démarche a donc consisté, après optimisation sur les résultats macroscopiques, à comparer l'activation des systèmes de glissement obtenue avec la modélisation avec les résultats de quantification en MET. Au vu des résultats, une nouvelle identification était lancée, en modifiant essentiellement les valeurs des cisssions critiques. Les résultats présentés dans ce chapitre résultent d'une dizaine d'itérations effectuées dans ce sens.



Les simulations présentées dans ce chapitre concernent uniquement le produit X1 Rx. La base de données utilisée pour l'identification est composée :

- d'essais d'écrouissage à vitesse de déformation de  $2.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  en traction dans la direction axiale et pour les sept rapports de biaxialité  $\alpha$  compris entre 0 et 1 ( $\alpha = \Sigma_{zz}/\Sigma_{\theta\theta}$ ) étudiés expérimentalement (cf. chapitre III) ;
- d'un essai d'écrouissage à vitesse de déformation de  $2.10^{-7} \text{ s}^{-1}$  en traction dans la direction axiale ;
- de deux essais de fluage *en limite d'élasticité macroscopique* ( $\alpha = \infty$  et  $\alpha = 0,62$ ) ;
- d'essais de relaxation dans les directions axiale et circonférentielle.

Les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson obtenues ( $E = 105 \text{ GPa}$  et  $\nu = 0,43$ ) sont cohérentes avec celles déduites des dépouillements des essais. Les valeurs des différents paramètres liés aux systèmes de glissement sont présentées dans le tableau VI.1.

	$\langle a \rangle P$	$\langle a \rangle \pi_1$	$\langle a \rangle B$	$\langle c+a \rangle \pi_1$
$\tau_0 \text{ (MPa)}$	65,6	84,6	132,5	191
$\tau_0 / \tau_0^{(P)}$	1	1,29	2,02	2,91
$\alpha$	0,23	0,24	0,12	0,39
$V/b^3$	19,2	16,5	13,3	6,2
$\dot{\gamma}_0^* \text{ (s}^{-1}\text{)}$	$7,8.10^{-10}$			$2,0.10^{-10}$
$y_s \text{ (nm)}$	0,40			0,51
$\rho_0 \text{ (m}^{-2}\text{)}$	$1,14.10^{11}$			
$L_0 \text{ (}\mu\text{m)}$	0,13			
$L_\infty \text{ (}\mu\text{m)}$	5,75			
$k$	3,22			
$A_{aa}$	0,97			
$A_{ac}$	0,12			
$A_{cc}$	1,73			

Tableau VI.1 : Paramètres matériau identifiés à 20 °C pour le produit X1 Rx



Les valeurs de cission critique et de volume d'activation pour le glissement prismatique sont en accord avec les données disponibles dans la littérature (cf. Annexe A-I). Pour les systèmes secondaires, les valeurs plus faibles de volume d'activation traduisent une plus grande sensibilité à la vitesse de déformation que celle du glissement principal. Ceci est en accord avec les résultats de la littérature. Notons que ces valeurs ont été obtenues dans le processus d'identification de manière naturelle (sans limiter la variation de ces paramètres à un intervalle donné). Les valeurs de cission critique pour les systèmes secondaires sont en accord avec les tendances relevées dans la littérature, notamment pour les alliages de titane ( $\tau_{<a>P} \leq \tau_{<a>\Pi_1} \leq \tau_{<a>B} \leq \tau_{<c+a>\Pi_1}$ ).

La valeur de  $\rho_0$  est représentative de la densité initiale de dislocations d'un matériau recristallisé.  $L_0$  et  $L_\infty$  représentent respectivement le libre parcours moyen en tout début d'écoulement plastique et en écoulement *stabilisé*. La valeur de  $L_0$  (129 nm) est représentative de la distance inter-dislocation aux joints de grains et la valeur de  $L_\infty$  (5,75  $\mu\text{m}$ ) de la taille moyenne de grains. Par contre la valeur obtenue pour  $y_s$  (distance d'annihilation) apparaît beaucoup trop faible ( $y_s$  est de l'ordre de 25nm pour l'acier inoxydable 316L (Feaugas 1999) et de 50nm pour le cuivre (Essman et Mughrabi 1979)).

En ce qui concerne l'érouissage intragranulaire, les valeurs obtenues pour le paramètre  $\alpha$  et pour les composantes de la matrice d'érouissage sont de l'ordre de grandeur des valeurs que l'on trouve habituellement dans la littérature. Le point marquant est la faiblesse de l'interaction  $<a>/<c+a>$  ( $A_{ac} = 0,12$ ) et l'importance du durcissement  $<c+a>/<c+a>$  ( $\alpha = 0,393$  et  $A_{cc} = 1,73$ ) à comparer au paramètre  $A_{aa} = 0,97$ .

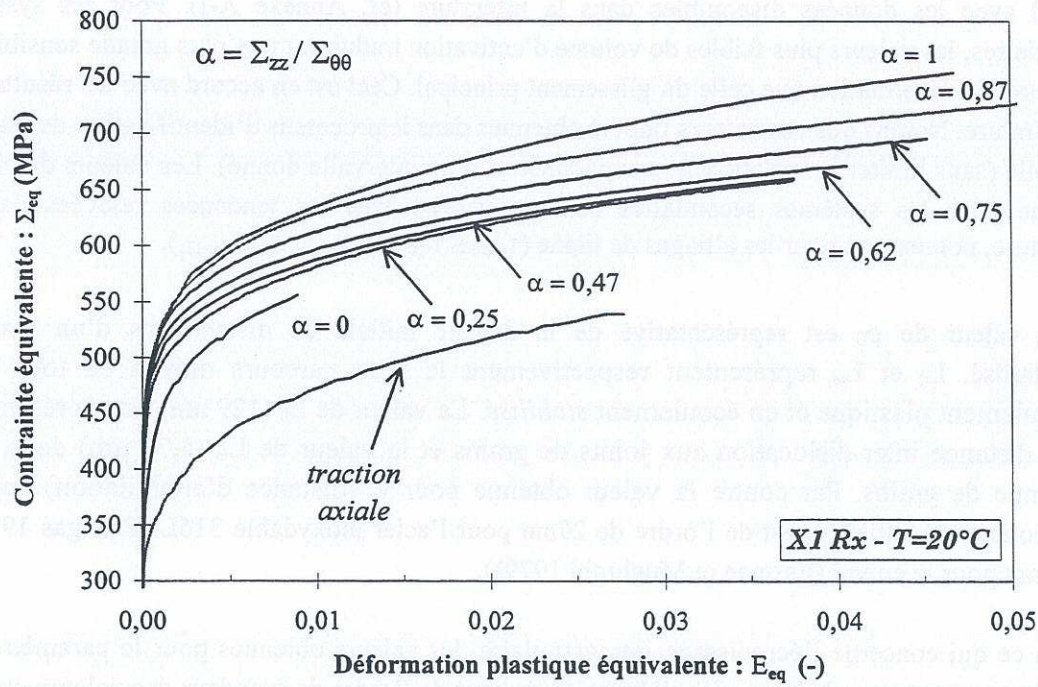
## VI.2.2 Simulation des essais mécaniques

### VI.2.2.1 Comportement en érouissage

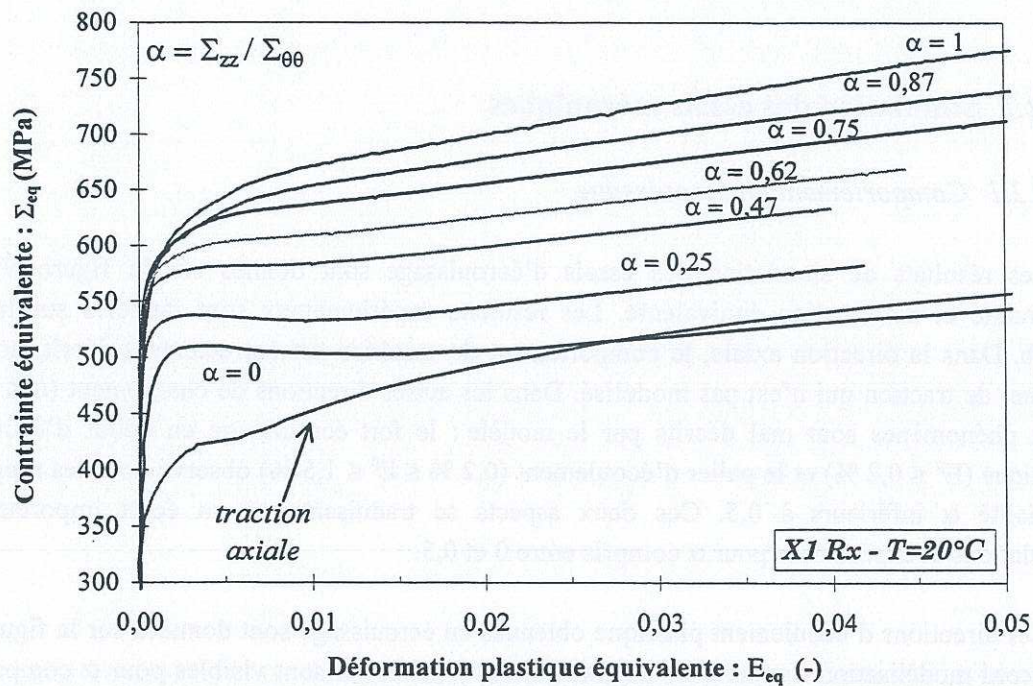
Les résultats de simulation des essais d'érouissage sont donnés sur la figure VI.4a en contrainte et déformation équivalente. Les résultats expérimentaux sont rappelés sur la figure VI.4b. Dans la direction axiale, le comportement du matériau est correctement décrit, hormis le crochet de traction qui n'est pas modélisé. Dans les autres directions de chargement ( $0 \leq \alpha \leq 1$ ), deux phénomènes sont mal décrits par le modèle : le fort érouissage en début d'écoulement plastique ( $E^p \leq 0,2 \%$ ) et le palier d'écoulement ( $0,2 \% \leq E^p \leq 1,5 \%$ ) observé pour les rapports de biaxialité  $\alpha$  inférieurs à 0,5. Ces deux aspects se traduisent par un écart important entre simulations et expériences pour  $\alpha$  compris entre 0 et 0,5.

Les directions d'écoulement plastique obtenues en érouissage sont données sur la figure VI.5. L'accord modélisation - expérience est satisfaisant ; des écarts sont visibles pour  $\alpha$  compris entre 0,47 et 0,75. La prise en compte des quatre familles de système de glissement permet de décrire les rotations d'écoulement plastique observées entre 0 et 1 % de déformation.





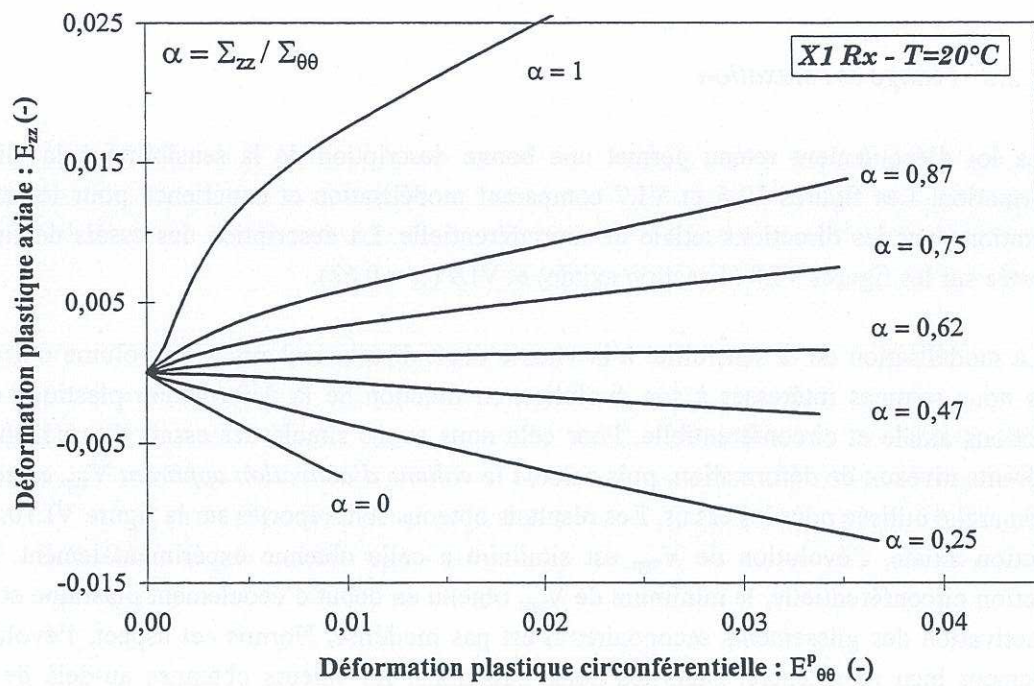
a) Simulation des essais



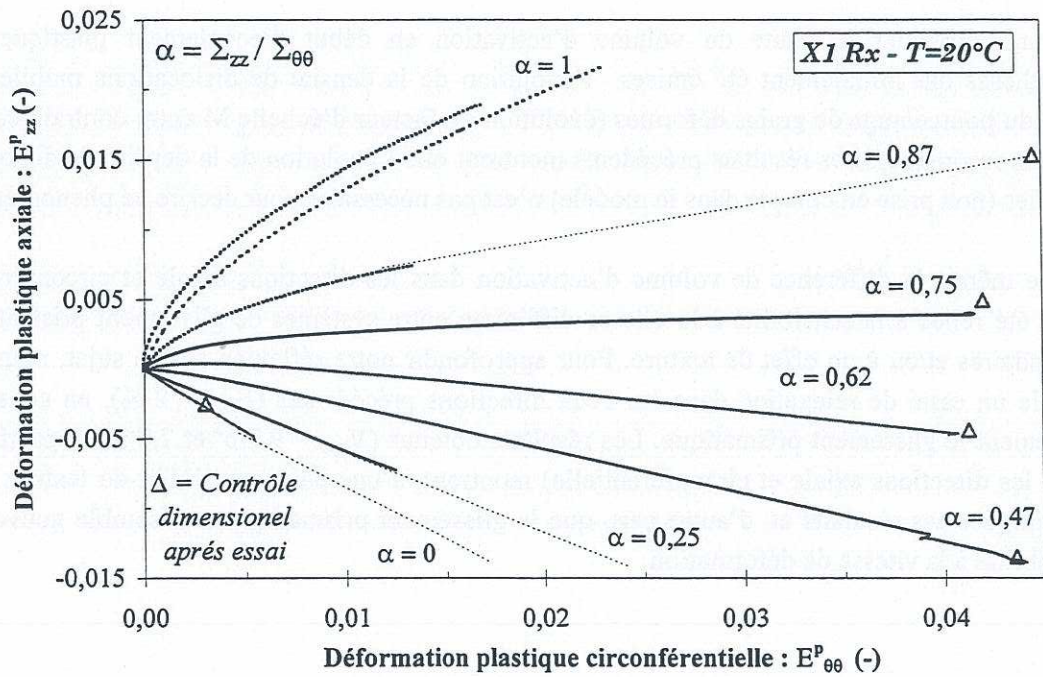
b) Résultats expérimentaux

**Figure VI.4 :** Essais d'écroutissage pour différents rapports de biaxialité : comparaisons simulations/expériences en contrainte et déformation équivalentes.





a) Simulation des essais



b) Résultats expérimentaux

Figure VI.5 : Essais d'écroutissage pour différents rapports de biaxialité : comparaisons simulations/expériences vis-à-vis des directions d'écoulement plastique.



### VI.2.2.2 Fluage et relaxation

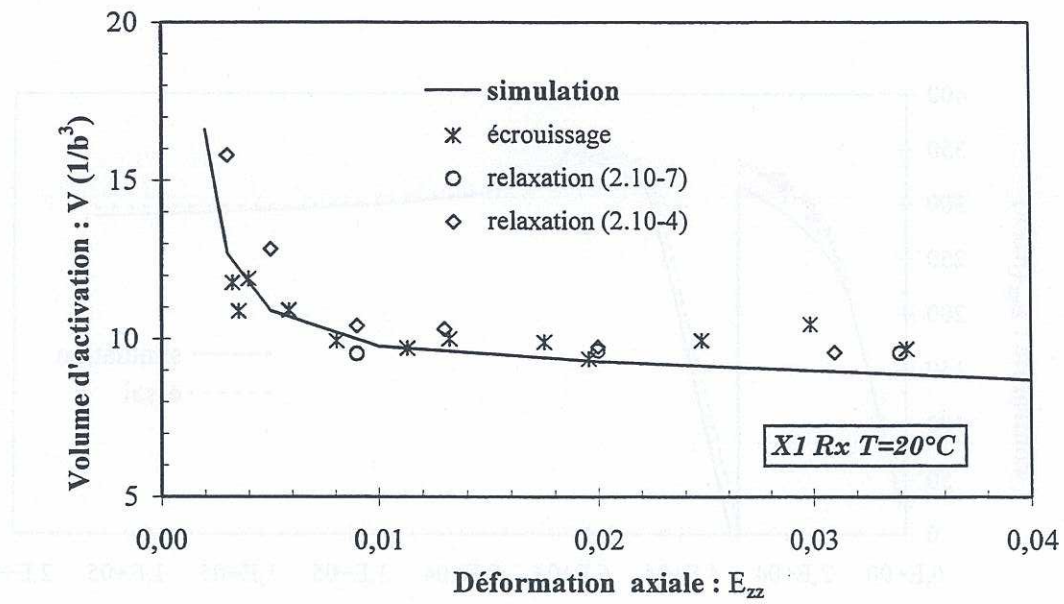
La loi d'écoulement retenu permet une bonne description de la sensibilité à la vitesse de déformation. Les figures VI.6 et VI.7 comparent modélisation et expérience pour les essais de relaxation dans les directions axiale et circonférentielle. La description des essais de fluage est reportée sur les figures VI.8 (direction axiale) et VI.9 ( $\alpha = 0,62$ ).

La modélisation de la sensibilité à la vitesse étant directement reliée au volume d'activation, nous nous sommes intéressés à son évolution en fonction de la déformation plastique dans les directions axiale et circonférentielle. Pour cela nous avons simulé des essais de relaxation pour différents niveaux de déformation, puis calculé le *volume d'activation apparent*  $V_{app}$  en reprenant la démarche utilisée pour les essais. Les résultats obtenus sont reportés sur la figure VI.10. Dans la direction axiale, l'évolution de  $V_{app}$  est similaire à celle obtenue expérimentalement. Dans la direction circonférentielle, le minimum de  $V_{app}$  obtenu en début d'écoulement plastique et attribué à l'activation des glissements secondaires n'est pas modélisé. Hormis cet aspect, l'évolution est également bien représentée. Dans les deux directions, les valeurs obtenues au-delà de 1 % de déformation sont très proches de celles obtenues expérimentalement : pour  $E^p = 2\%$ , les simulations donnent les valeurs de 9,3 et 7,8  $b^3$  respectivement dans les directions axiale et circonférentielle, pour 10 et 9,5  $b^3$  expérimentalement.

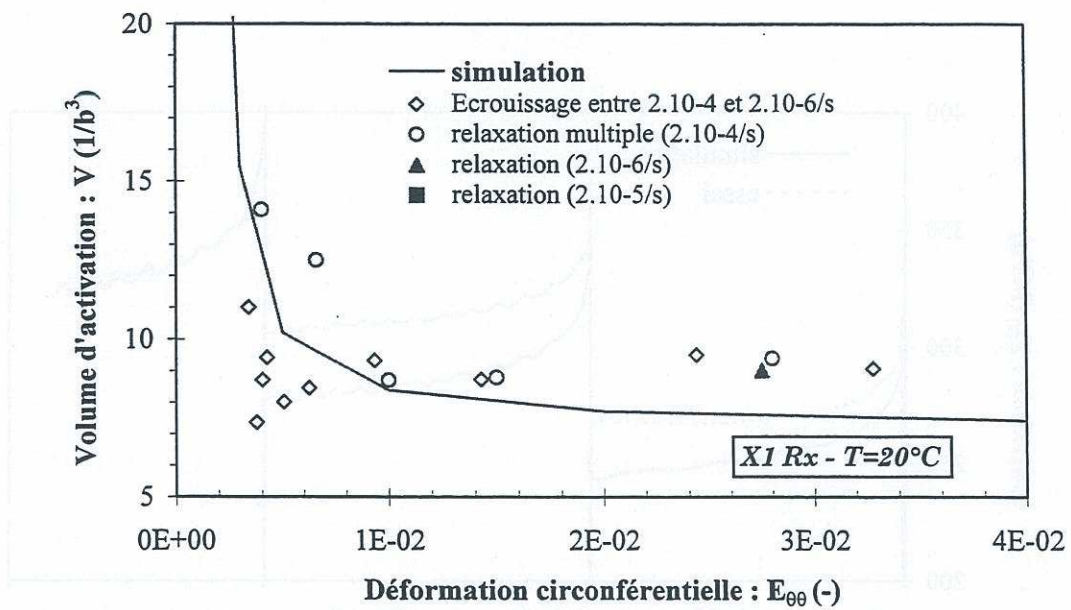
Pour expliquer la chute du volume d'activation en début d'écoulement plastique, deux hypothèses ont initialement été émises : l'évolution de la densité de dislocations mobiles et/ou celle du pourcentage de grains déformés (évolution du facteur d'échelle  $M$  entre contraintes locale et macroscopique). Les résultats précédents montrent que l'évolution de la densité de dislocations mobiles (non prise en compte dans le modèle) n'est pas nécessaire pour décrire ce phénomène.

De même, la différence de volume d'activation dans les directions axiale et circonférentielle avait été reliée à la sensibilité à la vitesse différente entre systèmes de glissement prismatique et secondaires et/ou à un effet de texture. Pour approfondir notre réflexion sur ce sujet, nous avons simulé un essai de relaxation dans les deux directions précédentes ( $E_{max} = 2\%$ ), en considérant seulement le glissement prismatique. Les résultats obtenus ( $V_{app} = 9,7 b^3$  et  $7,7 b^3$  respectivement dans les directions axiale et circonférentielle) montrent, d'une part, que l'effet de texture permet d'expliquer ces résultats et, d'autre part, que le glissement prismatique seul semble gouverner la sensibilité à la vitesse de déformation.





a) Direction axiale



b) Direction circonférentielle

**Figure VI.10 :** Evolution du volume d'activation avec la déformation dans les directions axiale et circonférentielle ; comparaison entre les résultats expérimentaux et les simulations.



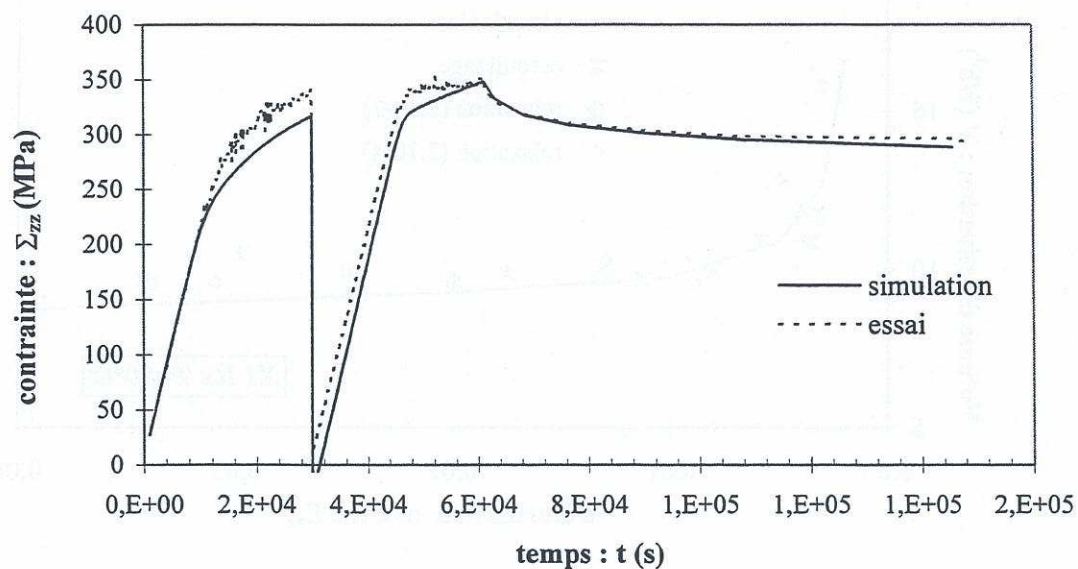


Figure VI.6 : Relaxation dans la direction axiale :  $E^p = 1,2 \%$ ,  $\dot{E}_{zz} = 2.10^{-7} s^{-1}$ .

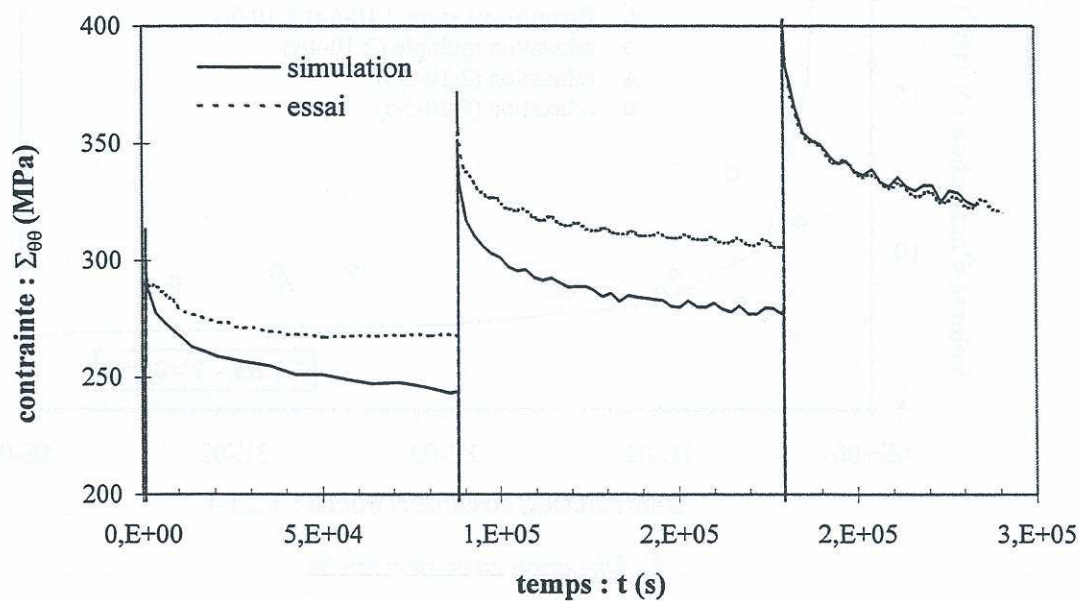


Figure VI.7 : Relaxation dans la direction circonférentielle pour trois niveaux de déformation à la mise en charge :  $E = 0,2 \%$ ,  $0,3 \%$  et  $0,65 \%$   $\dot{E}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} s^{-1}$ .



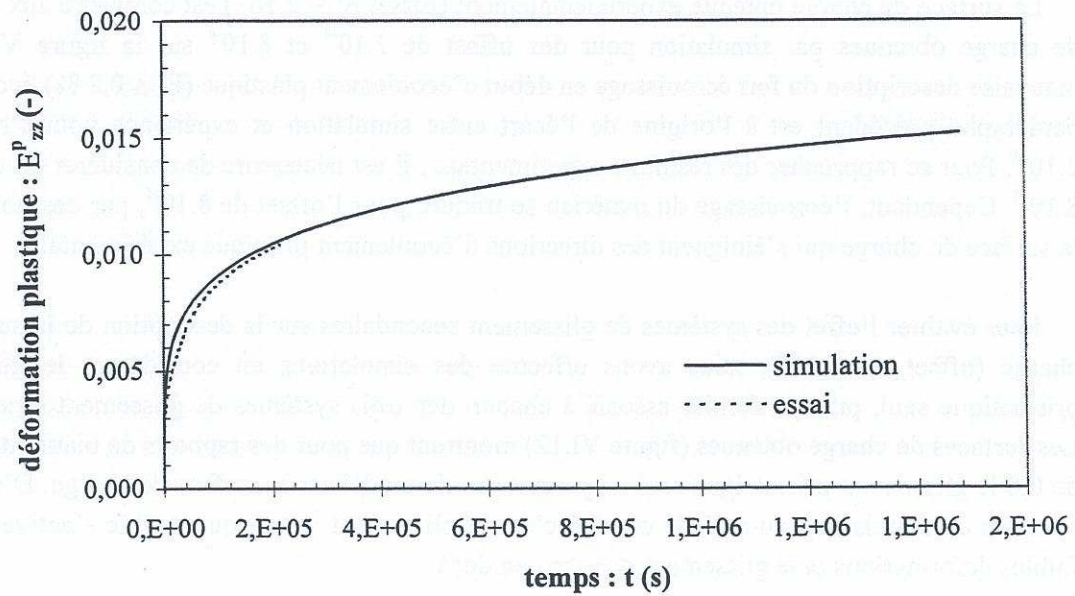


Figure VI.8 : Fluage dans la direction axiale :  $\Sigma_{zz} = 340 \text{ MPa}$ .

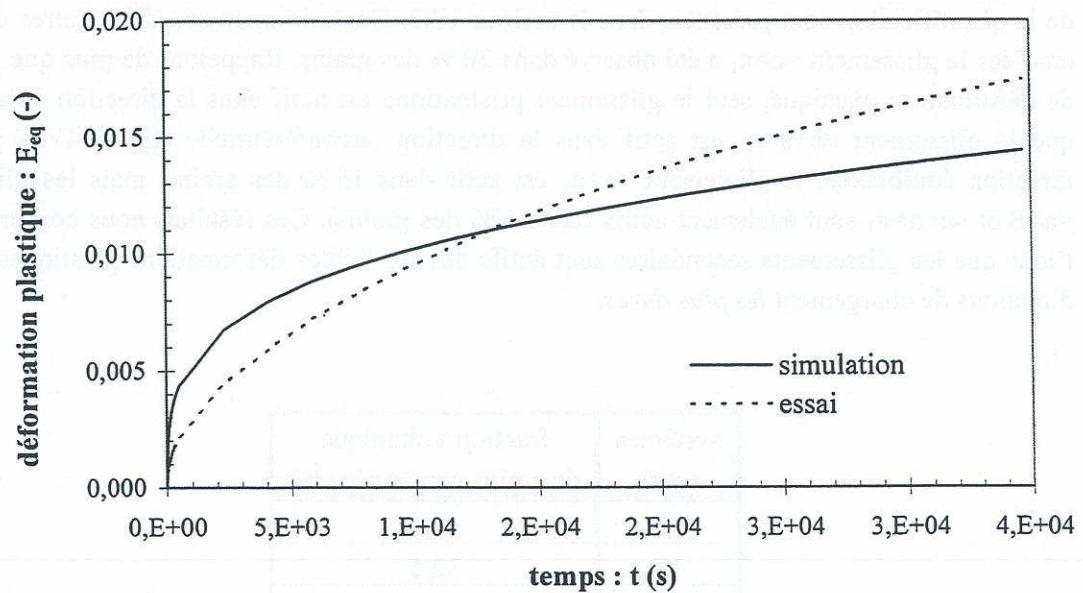


Figure VI.9 : Fluage sous chargement biaxé ( $\alpha = 0,62$ ) :  $\Sigma_{00} = 530 \text{ MPa}$  et  $\Sigma_{eq} = 500 \text{ MPa}$  ; évolution de la déformation plastique équivalente en fonction du temps.



### VI.2.3 Surface de charge

La surface de charge obtenue expérimentalement (offset  $E^p = 2.10^{-4}$ ) est comparée aux surfaces de charge obtenues par simulation pour des offset de  $2.10^{-4}$  et  $8.10^{-4}$  sur la figure VI.11. La mauvaise description du fort écrouissage en début d'écoulement plastique ( $E^p \leq 0,2 \%$ ) évoquée au paragraphe précédent est à l'origine de l'écart entre simulation et expérience pour l'offset de  $2.10^{-4}$ . Pour se rapprocher des résultats expérimentaux, il est nécessaire de considérer un offset de  $8.10^{-4}$ . Cependant, l'écrouissage du matériau se traduit, pour l'offset de  $8.10^{-4}$ , par des normales à la surface de charge qui s'éloignent des directions d'écoulement plastique expérimentales.

Pour évaluer l'effet des systèmes de glissement secondaires sur la description de la surface de charge (offset de  $2.10^{-4}$ ), nous avons effectué des simulations en considérant le glissement prismatique seul, puis ce dernier associé à chacun des trois systèmes de glissement secondaires. Les surfaces de charge obtenues (figure VI.12) montrent que pour des rapports de biaxialité proche de 0,6 le glissement prismatique seul ne permet pas de modéliser la surface de charge. D'après les résultats de simulation, au-delà de  $\alpha = 0,6$  c'est le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  qui semble s'activer dès les faibles déformations et le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  en deçà.

Les observations en MET présentées au chapitre IV ont montré que pour une déformation plastique de 0,2 %, le glissement prismatique est le seul actif dans les directions axiale et circonférentielle. Pour étayer l'analyse précédente, une quantification supplémentaire en MET a été réalisée pour un rapport de biaxialité  $\alpha$  de 0,62 au même niveau de déformation. Les résultats de la quantification sont présentés dans le tableau VI.2. Contrairement aux deux autres directions étudiées le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  a été observé dans 20 % des grains. Rappelons de plus que pour 1 % de déformation plastique, seul le glissement prismatique est actif dans la direction axiale tandis que le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  est actif dans la direction circonférentielle (figure IV.5) ; dans la direction équibiaxée, le glissement  $\langle a \rangle \pi_1$  est actif dans 15 % des grains, mais les glissements  $\langle a \rangle B$  et  $\langle c+a \rangle \pi_1$  sont également actifs (dans 5 % des grains). Ces résultats nous confortent dans l'idée que les glissements secondaires sont actifs dès les faibles déformations plastiques pour les directions de chargement *les plus dures*.

systèmes actifs	fraction volumique de grains concernée (%)
0S	42,5
1P	32,5
2P	20
3P	2,5
$\langle a \rangle \pi_1$	20

**Tableau VI.2 :** Quantification des systèmes activés en MET : produit X1 Rx à 20 °C sous sollicitation biaxée ( $\alpha = \Sigma_{\theta\theta}/\Sigma_{zz} = 0,625$ ) interrompue à  $E^p = 0,2 \%$ .



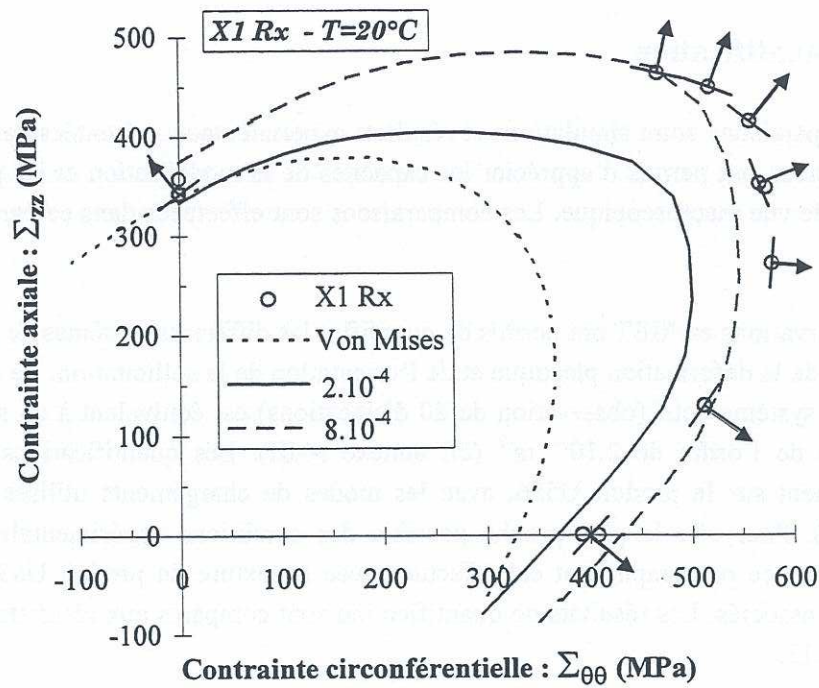


Figure VI.11 : Surfaces de charge obtenues à partir des simulations pour des offset de déformation plastique de  $2.10^{-4}$  et  $8.10^{-4}$ ; comparaison avec les résultats expérimentaux (offset de  $2.10^{-4}$ ).

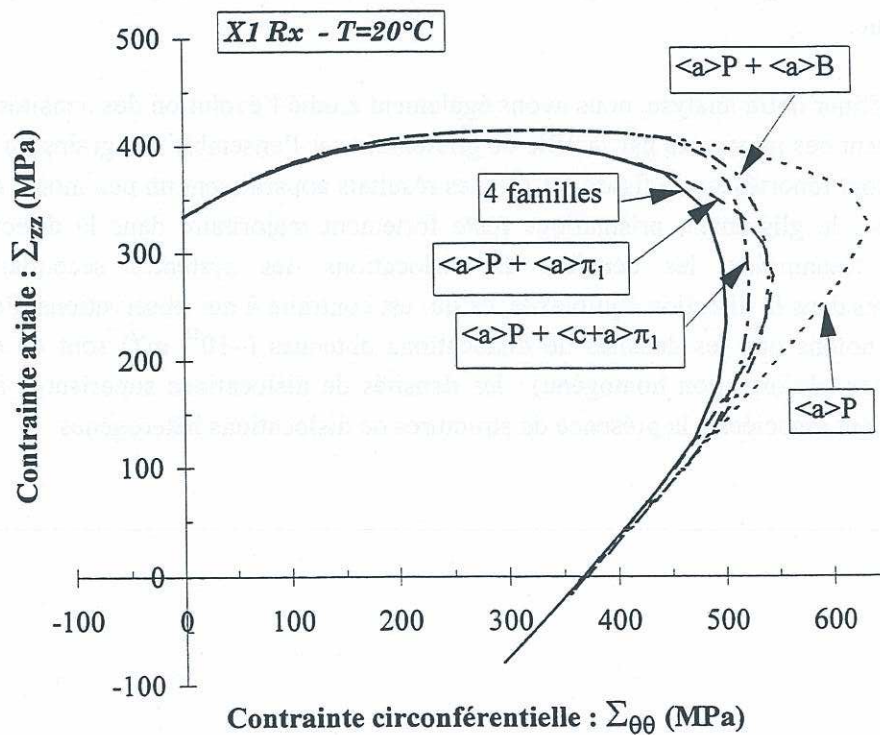


Figure VI.12 : Surfaces de charge obtenues à partir des simulations pour un offset de déformation plastique de  $2.10^{-4}$ ; effet des systèmes de glissement secondaires.



### VI.2.4 Quantification

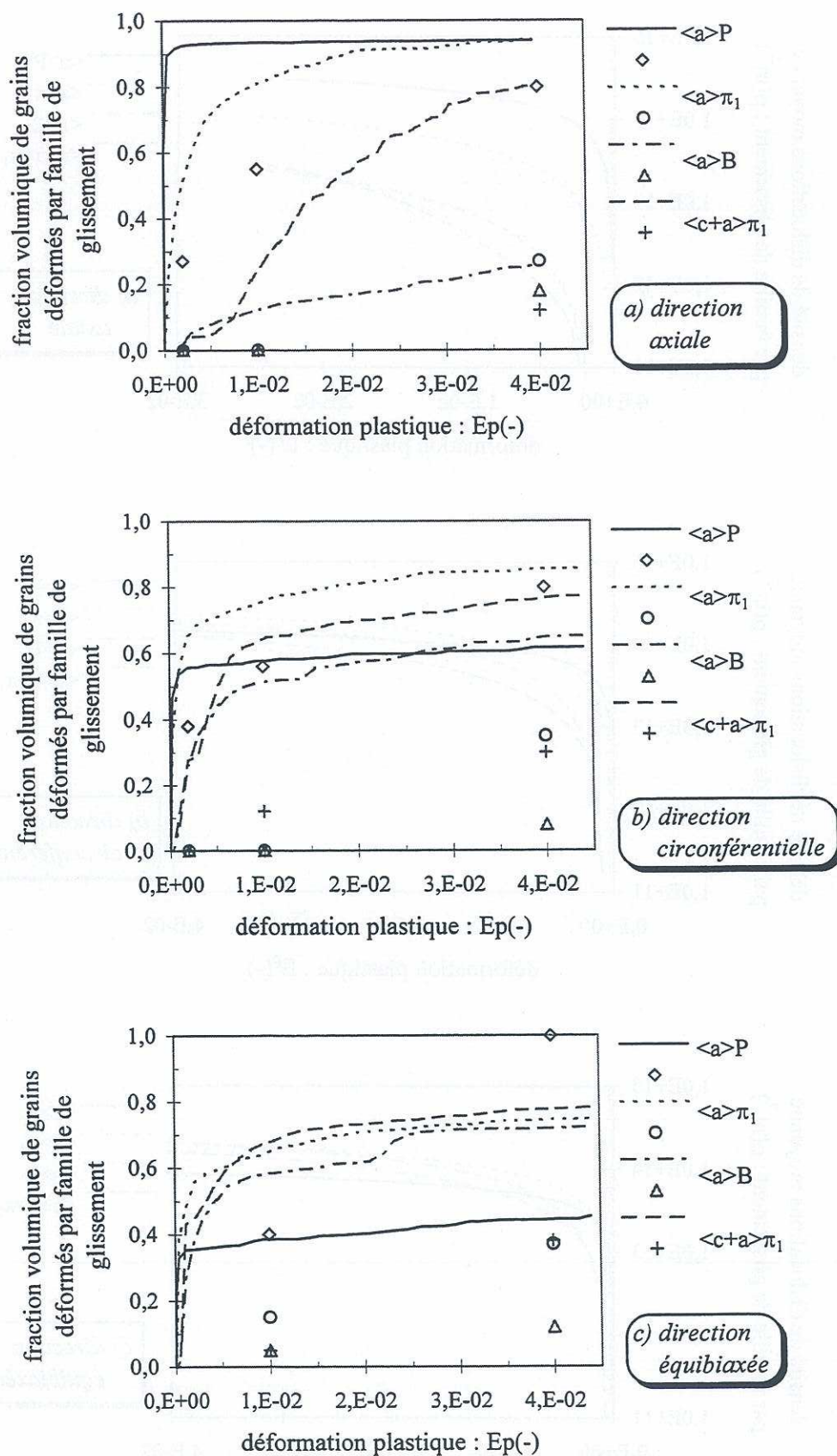
Les comparaisons entre simulations et résultats expérimentaux présentées dans les paragraphes précédents nous ont permis d'apprécier les capacités de la modélisation et les points défectueux, d'un point de vue macroscopique. Les comparaisons sont effectuées dans ce paragraphe au niveau des grains.

Les observations en MET ont permis de quantifier les différents systèmes de glissement activés en fonction de la déformation plastique et de l'orientation de la sollicitation. Le critère retenu pour déclarer un système actif (observation de 20 dislocations) est équivalent à un seuil de densité de dislocations de l'ordre de  $2 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$  (cf. annexe A-III). Les quantifications ont été réalisées essentiellement sur le produit U556, avec les modes de chargements utilisés au LMA-RC (cf. chapitre III). Pour être le plus proche possible des conditions expérimentales, les simulations évoquées dans ce paragraphe ont été effectuées avec la texture du produit U556 et les trajets de chargement associés. Les résultats de quantification sont comparés aux résultats de simulation sur la figure VI.13.

Quelle que soit la direction de chargement, l'activation des systèmes de glissement apparaît beaucoup trop *rapide* avec la modélisation. Dans la direction axiale, le glissement prismatique reste le glissement principal, ce qui est conforme aux quantifications MET. Par contre, les glissements  $\langle a \rangle \pi_1$  et  $\langle c+a \rangle \pi_1$  sont trop actifs. Ce dernier aspect est accentué dans les deux autres directions de chargement où les glissements secondaires deviennent plus actifs que le glissement prismatique.

Pour affiner notre analyse, nous avons également étudié l'évolution des densités de dislocations en effectuant des moyennes par famille de glissement sur l'ensemble des grains du polycristal. Les résultats sont reportés sur la figure VI.14. Ces résultats apparaissent un peu moins *tranchés* que les précédents : le glissement prismatique reste fortement majoritaire dans la direction axiale, par exemple. Néanmoins, les densités de dislocations des systèmes secondaires deviennent majoritaires dans la direction équilibriaxée, ce qui est contraire à nos observations. Pour conclure sur ce point, notons que les densités de dislocations obtenues ( $\sim 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ) sont en accord avec les observations (déformation homogène) : les densités de dislocations supérieures à  $10^{15} \text{ m}^{-2}$  sont généralement associées à la présence de structures de dislocations hétérogènes.





**Figure VI.13 :** Fraction volumique de grains déformés par famille de systèmes de glissement en fonction de la déformation plastique macroscopique.



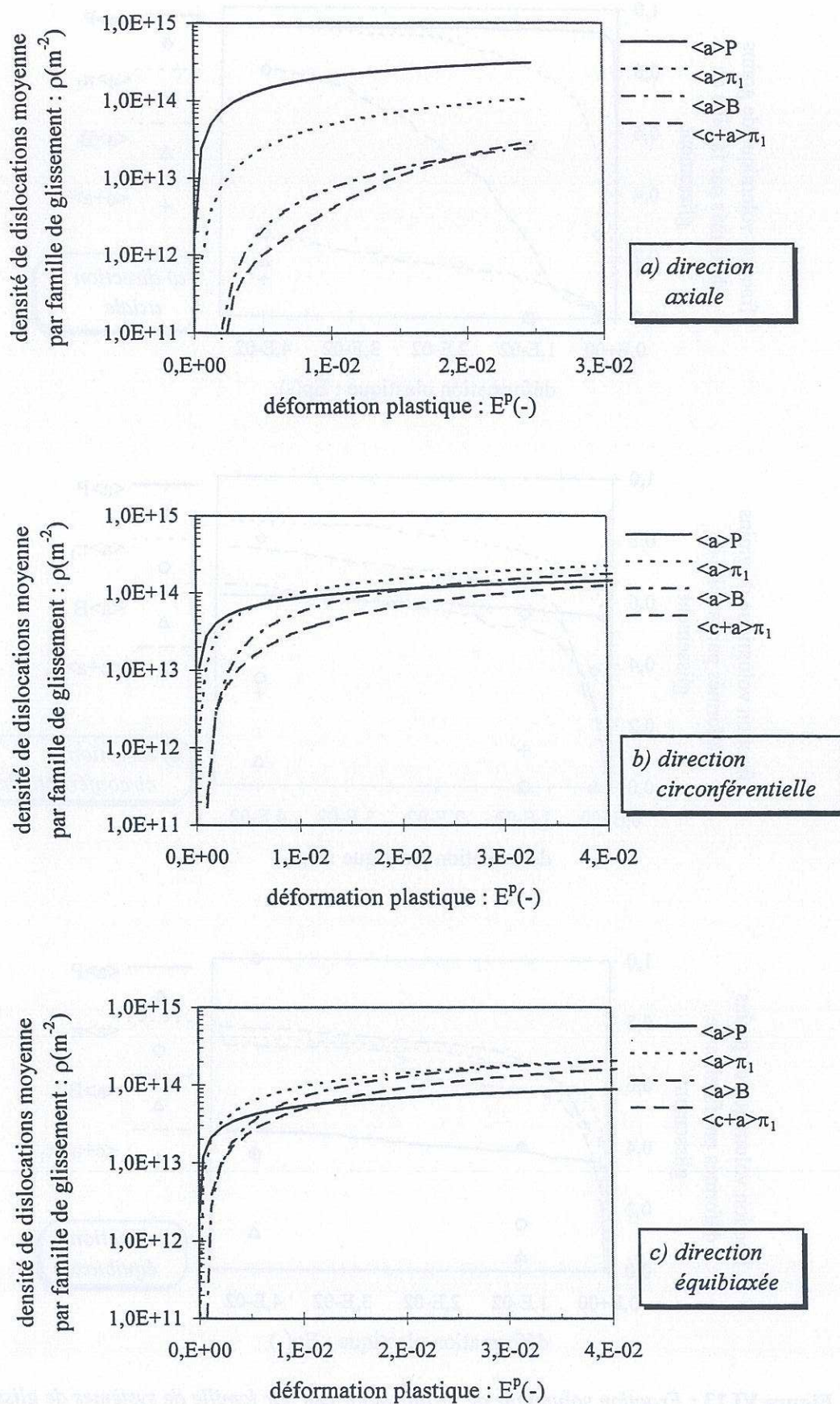


Figure VI.14 : Densité de dislocations moyenne par famille de glissement en fonction de la déformation plastique macroscopique.



## VI.3 DISCUSSION DES RÉSULTATS

### VI.3.1 Identification à 20 °C

Le nombre important de paramètres du modèle, dû essentiellement à la présence de quatre familles de systèmes de glissement, conduit à une procédure d'identification complexe. Si l'on se borne à comparer les résultats de simulation aux grandeurs macroscopiques mesurées lors des essais mécaniques, plusieurs jeux de paramètres peuvent conduire à des résultats analogues et satisfaisants. La comparaison des résultats à l'échelle des grains s'avère être un critère plus décisif pour juger de la pertinence des résultats.

Deux points positifs se dégagent des résultats obtenus :

- la formulation de la loi d'écoulement, prenant en compte de manière explicite les volumes d'activation, permet une modélisation *aisée* des essais de fluage et de relaxation ;
- l'anisotropie de comportement est prise en compte de manière intrinsèque dans la modélisation par la texture cristallographique du produit et les systèmes de glissement propres aux métaux hexagonaux. La prise en compte des quatre familles de systèmes de glissement permet de décrire les rotations d'écoulement plastique pour les faibles déformations.

Toujours vis-à-vis de la description macroscopique du comportement, les difficultés rencontrées concernent essentiellement le fort écrouissage observé en début d'écoulement pour les essais biaxés et le palier d'écoulement qui suit. Dans les précédents chapitres, le palier d'écoulement a été corrélé en particulier aux modifications de texture quantifiées dans les directions circonférentielle et équibiaxée. Une version du modèle, prenant en compte les rotations à l'échelle des grains (tout en restant dans l'hypothèse des petites perturbations) a été utilisée pour évaluer l'effet des modifications de texture cristallographique. Les résultats obtenus au niveau macroscopique (moins de 5 MPa d'écart sur les contraintes d'écoulement avec la version sans rotation) nous ont conduit à écarter cette hypothèse. La prise en compte de façon explicite de l'évolution de la densité de dislocations mobiles  $\rho_m$  dans  $\dot{\gamma}_0^*$  devrait offrir de nouvelles perspectives.

La difficulté à modéliser ce palier et le fort écrouissage en début d'écoulement plastique ont tendance à *biaiser* l'identification des paramètres matériau. Pour évaluer les parts respectives des écrouissages inter et intragranulaire, nous avons effectué des simulations en négligeant, dans un premier temps, l'écrouissage intragranulaire ( $\alpha=0$ ) et, dans un second temps, l'écrouissage latent ( $A_{rs}=0$  si  $r \neq s$ ). Ces simulations ont été effectuées dans les directions axiale et circonférentielle. Les résultats, reportés sur la figure VI.15, donnent, à 4 % de déformation, un auto-écrouissage de l'ordre de 100 MPa, pour un écrouissage latent d'environ 30 MPa. La simulation a donc tendance à donner un écrouissage trop élevé par rapport aux valeurs de  $\Sigma_\mu$  déterminées lors des essais de charge/décharge (la chute de  $\Sigma_\mu$  en début d'écoulement est suivie d'une augmentation inférieure à 50 MPa).

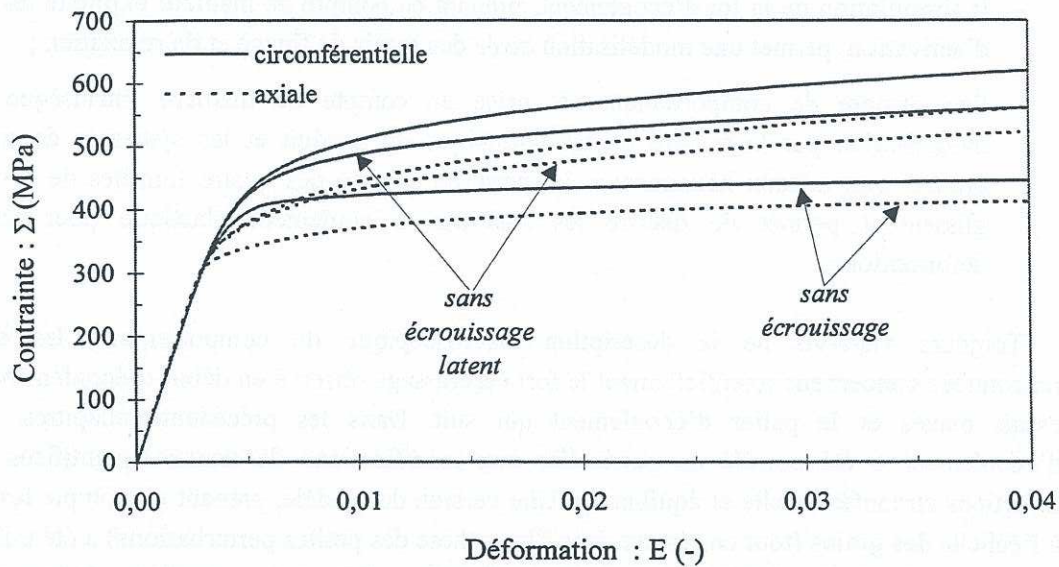
Les difficultés de modélisation à l'échelle macroscopique se traduisent par des écarts plus importants entre simulations et quantifications en MET à l'échelle des grains. On note



principalement une activation *trop rapide* de l'ensemble des systèmes de glissement et une trop forte activation des systèmes de glissement secondaires.

Ces difficultés traduisent, sans doute, une mauvaise prise en compte d'un phénomène physique important vis-à-vis du comportement mécanique du matériau. Nos réflexions, à ce jour, nous orientent vers :

- l'évolution de la densité de dislocations mobiles et l'influence des dislocations coins en début d'écoulement plastique ;
- les écarts à la loi de Schmid ;
- la démarche de changement d'échelle qui reste à valider par des analyses par éléments finis pour un matériau élastoviscoplastique anisotrope.



**Figure VI.17 :** Quantification de l'écrouissage intragranulaire obtenue en simulation : traction simple dans les directions axiale et circonférentielle.

### VI.3.2 Identification à 350 °C

Les difficultés évoquées au paragraphe précédent pour la modélisation à 20 °C ont fortement alourdi le travail d'identification ; les délais impartis pour les travaux de thèse n'ont pas permis de finaliser l'étude à 350 °C. Aussi, nous aborderons seulement dans ce paragraphe les difficultés propres à cette température.

En terme d'écrouissage, les résultats expérimentaux ont montré que le palier d'écoulement observé pour les chargements biaxés à 20 °C n'est plus présent à cette température. Ceci doit a priori faciliter le travail de modélisation à 350 °C. Cependant, l'interaction dynamique dislocation-oxygène constitue une difficulté supplémentaire à cette température. Il devient nécessaire dans la modélisation d'introduire des éléments complémentaires pour modéliser les effets de vitesses en écrouissage et en fluage ou relaxation.



---

*En résumé*

---

*L'approche micromécanique comporte deux étapes essentielles : une étape de représentation (définition des phases du milieu hétérogène et de leur comportement) et une étape de changement d'échelle. Pour la seconde étape, nous avons repris une démarche pragmatique qui a fait ses preuves lors de son application à des matériaux cubiques.*

*Les lois de comportement à l'échelle des grains découlent de notre approche expérimentale. La simulation numérique à cette échelle comporte nécessairement une part de schématisation de la réalité physique. Le choix de variables directement reliées aux mécanismes physiques permet, d'une part, une meilleure maîtrise de cette schématisation et, d'autre part, de comparer les résultats obtenus à cette échelle aux observations en MET.*

*La présence de quatre familles de systèmes de glissement conduit à un grand nombre de paramètres pour le modèle, et, par conséquent, à un processus d'identification délicat. De ce fait, seule une identification pour décrire le comportement à 20 °C a pu être achevée à ce jour.*

*Dans sa formulation actuelle, le modèle permet une bonne description de la sensibilité à la vitesse de déformation, notamment lors des essais de fluage et de relaxation, grâce à la prise en compte du volume d'activation associé à chaque système de glissement. Les éléments nécessaires à la description de l'anisotropie sont pris en compte. Des écarts entre simulations et expériences subsistent ; nous nous sommes efforcés d'en déterminer les causes.*

*Les quantifications en MET apparaissent comme un élément essentiel tant pour évaluer la pertinence de la modélisation que pour proposer des pistes d'amélioration.*

---















---

## Conclusions et perspectives

---

Les tubes de gaine du crayon combustible des centrales REP sont constitués d'alliages de zirconium. La modélisation du comportement mécanique de ces tubes par une approche micromécanique a constitué l'objectif de notre travail. En se plaçant à l'échelle des grains du polycristal, la modélisation est plus prédictive que les approches macroscopiques développées ces dernières années.

L'approche micromécanique comporte deux étapes essentielles : une étape de représentation (définition des phases du milieu hétérogène et de leur comportement) et une étape de changement d'échelle. Pour la seconde étape, nous avons repris une démarche pragmatique qui a fait ses preuves lors de son application à des matériaux cubiques. Notre travail de recherche s'est donc orienté principalement vers la description du comportement à l'échelle des grains.

La démarche élaborée repose sur trois axes principaux : l'étude expérimentale en laboratoire d'essais mécaniques, l'observation en Microscopie Electronique en Transmission (MET) et la modélisation numérique. La connaissance du comportement mécanique obtenue à partir des essais permet de définir les observations à effectuer en MET (directions, vitesses de chargement, ...) ; les résultats constituent la base de données indispensable à l'identification des paramètres matériau du modèle. Les observations en MET sont nécessaires à la compréhension et à la modélisation des mécanismes de déformation à l'échelle des grains ; elles apparaissent également comme un élément prépondérant pour la validation de la modélisation. La modélisation elle-même peut s'avérer nécessaire pour orienter l'approche expérimentale (influence des rotations cristallines, propositions de nouveaux essais discriminants, ...).

Pour les essais mécaniques, en plus d'une approche classique de caractérisation, nous nous sommes efforcés de réaliser des essais originaux dont l'analyse des résultats puisse être "directement" reliée aux mécanismes de déformation à l'échelle des grains. La détermination des contraintes internes à longue distance, de la contrainte effective et des volumes d'activation s'est révélée d'une grande richesse dans notre démarche.



L'observation en MET des mécanismes de déformation s'est avérée délicate de part la structure cristalline du Zircaloy-4. Une démarche de quantification des systèmes de déformation activés en fonction de la direction de chargement a été menée. Bien que présentant des limites (population de grains étudiés, observations *post mortem*, ...), la cohérence de l'ensemble des résultats obtenus (effets du niveau de déformation et de la température, influence du temps à 350°C) nous permet de valider notre démarche. Cet investissement s'est avéré être un élément incontournable tant pour élaborer la modélisation que pour sa validation.

Les lois de comportement à l'échelle des grains découlent de notre approche expérimentale. La simulation numérique à cette échelle comporte nécessairement une part de schématisation de la réalité physique. Le choix de variables directement reliées aux mécanismes physiques ( $\rho_s$ ,  $V$ , ...) permet, d'une part, une meilleure maîtrise de cette schématisation et, d'autre part, de comparer les résultats obtenus à cette échelle aux observations en MET.

Les points retenus dans le présent travail cherchaient à allier une bonne description des observations à l'aide d'un minimum de variables. Les aspects qui nous semblaient incontournables, dans une première approche, ont été la prise en compte : de la texture cristallographique, d'une forte friction de réseau et des quatre familles de systèmes de glissement (présentant des cisssions critiques et des sensibilités à la vitesse de déformation différentes). Les observations à 20°C ont montré l'absence de fortes incompatibilités de déformation plastique intragranulaire pour des déformations inférieures à 4%. Par contre, les hétérogénéités de déformation intragranulaires observées à 350°C devront être prise en compte dans une modélisation à cette température.

Dans sa formulation actuelle, le modèle permet une bonne description de la sensibilité à la vitesse de déformation, notamment lors des essais de fluage et de relaxation. Les éléments nécessaires à la description de l'anisotropie sont pris en compte. Des écarts entre simulations et expériences subsistent ; nous nous sommes efforcés d'en déterminer les causes.

Pour améliorer la modélisation, nos réflexions, à ce jour, nous orientent vers :

- l'évolution de la densité de dislocations mobiles et l'influence des dislocations coins en début d'écoulement plastique ;
- les écarts à la loi de Schmid associés à la structure non planaire des dislocations vis ;
- la démarche de changement d'échelle qui reste à valider par des analyses par éléments finis pour un matériau très anisotrope.

Outre les résultats acquis dans cette étude sur les produits recristallisés, une démarche a été mise en place qui offre des perspectives directement liées au problème industriel. Un premier travail a été effectué dans le cadre d'un stage de DEA (Renouard 1999) pour étendre ces résultats au matériau détendu. Pour ces matériaux, la forte densité et la structure complexe des dislocations initialement présents rend la démarche d'identification des mécanismes de déformation inopérante (du moins difficilement applicable de façon systématique). La réalisation d'essais mécaniques spécifiques (charge/décharge, charge/relaxation /décharge) et les connaissances acquises sur les produits recristallisés ont permis de vérifier la pertinence de la modélisation polycristalline pour ces matériaux.



L'extension au matériau irradié dans son environnement ne pourra se faire que lorsque que l'on aura maîtrisé les dernières difficultés pour les matériaux recristallisés et détendus à l'état de réception. Néanmoins, la démarche mise en place peut tout-à-fait s'appliquer. Cela nécessite d'adapter les méthodes expérimentales pour évaluer l'impact du dommage d'irradiation sur les grandeurs déterminées dans notre étude ( $V$ ,  $X_i$  et  $\Sigma_\mu$ ) et sur les mécanismes de déformation.















---

## Annexe A - I

### Volume et énergie d'activation

---

*Dans la première partie de cette annexe, le raisonnement permettant d'établir les expressions analytiques du volume et de l'énergie d'activation sont rappelés succinctement. Ces expressions sont établies dans un premier temps à partir d'une étude physique du mouvement des dislocations à l'échelle d'un système de glissement. Dans un second temps, l'influence du changement d'échelle est précisée.*

*Dans la seconde partie, un tableau synthétique présentent les valeurs des cissions critiques, volume et énergie d'activation du glissement prismatique relevées dans la littérature pour les alliages de titane et de zirconium à température ambiante.*

#### A-I.1 Détermination du volume et de l'énergie d'activation

Sous certaines conditions de déformation et de température, le mouvement des dislocations est contrôlé par le franchissement d'obstacles correspondant à des barrières énergétiques. Ce franchissement se fait sous l'action d'une contrainte, assistée par l'agitation thermique. La vitesse moyenne des dislocations  $v$  étant proportionnelle à la probabilité de franchissement de la barrière d'énergie, il est possible de l'exprimer sous la forme d'une loi de type Arrhenius :

$$v = v_0 \Lambda \exp\left(\frac{-\Delta G}{kT}\right)$$

où  $\Delta G$  est la variation de l'enthalpie libre durant l'événement thermiquement activé (franchissement de la barrière énergétique = franchissement de l'obstacle),  $v_0$  la fréquence de Debye et  $\Lambda$  une distance de saut dépendant de la nature de l'obstacle.



En considérant que la vitesse de glissement plastique  $\dot{\gamma}_p$  au sein d'un système de glissement résulte du mouvement des dislocations de densité  $\rho_m$ , de vitesse moyenne  $v$  et de vecteur de Burgers  $b$ , son expression est donnée par la relation d'Orowan :

$$\dot{\gamma}_p = \rho_m b v.$$

L'expression générale de la vitesse de glissement plastique peut alors être déduite des deux expressions précédentes :

$$\dot{\gamma}_p = \dot{\gamma}_0 \exp\left(\frac{-\Delta G}{kT}\right),$$

$$\text{avec } \dot{\gamma}_0 = \rho_m b v_0 \Lambda.$$

Si nous supposons que la plus grande partie de la variation entropique de l'énergie vient de la variation des constantes d'élasticité en fonction de la température et que celle-ci est négligeable,  $\Delta G$  peut être évaluée en utilisant la relation suivante :

$$\Delta G = \Delta H = \Delta H_0 - V \cdot \tau_v$$

où  $\Delta H_0$  représente la hauteur d'énergie intrinsèque de l'obstacle (obtenue à 0 K),  $V$  le volume d'activation ( $V/b$  correspond à l'aire balayée par la dislocation pour passer d'une position stable à la position critique) et  $\tau_v$  la contrainte thermiquement activée (ou visqueuse). Cette contrainte est en fait la contrainte appliquée moins les contraintes internes associées aux différents niveaux d'incompatibilité de déformation plastique présent dans un matériau donné.

L'énergie d'activation et le volume d'activation peuvent s'exprimer en fonction de la vitesse de déformation plastique :

$$\Delta H = kT^2 \left[ \frac{\partial \ln(\dot{\gamma}_p)}{\partial T} \right]_{\tau, \mu s} \quad \text{et} \quad V = kT \left[ \frac{\partial \ln(\dot{\gamma}_p)}{\partial \tau_v} \right]_{T, \mu s}$$

Ces expressions ne sont valables qu'à microstructure ( $\mu s$ ) figée,  $\dot{\gamma}_0$  étant notamment fonction de la densité de dislocations mobiles ( $\rho_m$ ).

L'objectif de notre démarche est de relier les expressions précédentes au volume d'activation déterminé à l'échelle macroscopique. On suppose pour cela que les grandeurs macroscopiques peuvent être reliées aux grandeurs microscopiques à l'aide d'un facteur de changement d'échelle :

$$\Sigma = M \tau$$

$$\dot{\epsilon}_p = M' \dot{\gamma}_p$$



A l'échelle macroscopique, on détermine un volume d'activation *apparent* :

$$V_{app} = kT \left[ \frac{\partial \ln(\dot{\epsilon}_p)}{\partial \Sigma_v} \right]_{T, \mu s} = \frac{1}{M} kT \left[ \frac{\partial \ln(\dot{\gamma}_p)}{\partial \tau_v} \right]_{T, \mu s}$$

$$\Rightarrow V_{app} = \frac{V}{M}$$

Si de plus la densité de dislocations mobiles  $\rho_m$  n'est pas constante, l'expression précédente s'écrit :

$$V_{app} = \frac{V}{M} + kT \left[ \frac{\partial \ln(\rho_m)}{\partial \Sigma_v} \right]_{T, \mu s}$$

En début d'écoulement plastique, la densité de dislocations mobiles et le facteur de changement d'échelle (M) ne sont pas constants. Ces deux aspects peuvent être à l'origine de l'évolution du volume d'activation déterminé à l'échelle macroscopique en début d'écoulement plastique.

#### A-I.2 Influence de l'oxygène sur les cissions critiques, énergie et volume d'activation du glissement prismatique dans les alliages de titane et de zirconium à 300 K

Afin de pouvoir comparer les valeurs de cissions critiques et de volumes d'activation obtenues sur monocristaux et polycristaux, nous avons *ramené* toutes les valeurs à l'aide d'un facteur de changement d'échelle M (M=4 d'après Derep *et al.*).

Matériaux	O <sub>eq</sub> (%at)	$\tau_c$ (MPa)	V/b <sup>3</sup>	$\Delta H_0$ (eV)	Type	Références
Ti-O	0,0052	15	500		Monocristal	Biget 1989
	0,0052	20	292		Monocristal	Farenc 1993
	0,05	20			Polycristal	Conrad 1981
	0,1	30	350		Polycristal	Conrad 1981
	0,15	25	340	1,2	Monocristal	Naka 1983
	0,2	40	180		Polycristal	Conrad 1981
	0,33	60	63		Monocristal	Farenc 1993
	0,4	70	40		Polycristal	Conrad 1981
	0,33	40	120	1,2	Monocristal	Naka 1983
	0,70	80	60	1,2	Monocristal	Naka 1983
	1	120	20		Polycristal	Conrad 1981



Matériaux	O <sub>eq</sub> (%at)	$\tau_c$ (MPa)	V/b <sup>3</sup>	$\Delta H_0$ (eV)	Type	Références
Zircaloy-4	0,82	102	50	1,175	Polycristal	Derep 1980
	0,76	87,5			Polycristal	Robinet 1995
Zircaloy-2	0,51	100			Polycristal	Kaufmann 1974
	1,03	127,5			Polycristal	Kaufmann 1974
	1,90	172,5			Polycristal	Kaufmann 1974
	3,50	212,5			Polycristal	Kaufmann 1974
Zr-N	0,24	36,5	42	0,8	Polycristal	Tyson 1968
	0,94	100,75	26	0,8	Polycristal	Tyson 1968
	1,64	144,25	20	0,8	Polycristal	Tyson 1968
	2,20	166,75	18	0,8	Polycristal	Tyson 1968
Zr-O	0,074	16	175		Monocristal	Mills 1968
	0,28	28	120		Monocristal	Mills 1968
	0,43	64	60		Monocristal	Mills 1968
	0,68	88	36		Monocristal	Mills 1968
	1,1	120			Monocristal	Mills 1968
	0,1	40			Polycristal	Treco 1953
	0,5	76			Polycristal	Treco 1953
	0,75	104			Polycristal	Treco 1953
	0,9	112			Polycristal	Treco 1953
	1,1	144			Polycristal	Treco 1953
	1,4	132			Polycristal	Treco 1953
	1,9	176			Polycristal	Treco 1953
	2,1	156			Polycristal	Treco 1953
	2,4	184			Polycristal	Treco 1953
	0,012	15			Monocristal	Aktar 1971
	0,077	30	370	0,8	Monocristal	Soo 1968
	0,37	60	100	0,9	Monocristal	Soo 1968
	0,51	80	80	1,2	Monocristal	Soo 1968
	0,56	85	70	0,9	Monocristal	Soo 1968
	0,68	100	50	0,9	Monocristal	Soo 1968
	0,68	110	30	0,8	Monocristal	Soo 1968
	1,13	130	25	0,9	Monocristal	Soo 1968
	0,55	65	50	1,3	Polycristal	Lukac 1988
	0,0047			0,78	Polycristal	Sastry 1971
	0,22			0,97	Polycristal	Sastry 1971











---

## Annexe A - II

### Essais mécaniques : description des moyens d'essais et des méthodes de dépouillement

---

*Un des principaux objectifs des essais mécaniques réalisés dans notre travail est l'étude de l'anisotropie de comportement mécanique. Les éprouvettes utilisées sont des tronçons de tubes de gaine. Afin de solliciter ces échantillons selon différentes directions, les chargements imposés ont été de deux natures : effort de traction et pression interne d'huile.*

*Dans la première partie de cette annexe, les moyens d'essais et les procédures expérimentales mis en œuvre à EDF sur le produit X1 Rx sont présentés succinctement. Les essais réalisés dans le cadre de notre étude sur le produit U556 (Robinet et al. 1997) ont été effectués au LMA-RC (Besançon). La description des moyens expérimentaux employés est décrite dans Robinet (1995).*

*Les efforts de pression interne conduisent à des contraintes et déformations non homogènes dans l'épaisseur des tubes. Ce caractère non homogène peut être accentué par l'anisotropie de comportement. Une attention particulière a été portée à la méthode de dépouillement des essais : il s'agit de déterminer des grandeurs permettant d'accéder au comportement du matériau en se dédouanant de l'effet de structure. La méthode de dépouillement utilisée est présentée dans le deuxième paragraphe.*

*Un tableau synthétique des essais mécaniques effectués est présenté dans le dernier paragraphe.*



## A-II.1 Moyens d'essais mis en œuvre

Les essais ont été effectués dans deux laboratoires du département Etude des Matériaux de la Division R&D d'EDF : le laboratoire de fluage pour les essais de fluage dans le sens long des tubes, et le laboratoire Mécanique des Tubes de Gainage pour tous les autres essais.

Les éprouvettes utilisées sont des tronçons de tubes de gaine de longueur 120 mm. Chaque éprouvette est soumise avant et après essai à un contrôle dimensionnel selon les procédures en vigueur dans les laboratoires : mesure du diamètre au milieu du tube et à  $\pm 25$  mm selon 6 génératrices ; mesure de l'épaisseur au milieu du tube et à  $\pm 25$  mm selon 4 génératrices ; mesure de la longueur entre repères gravés tous les 10 mm sur 2 génératrices et sur une longueur de 50 mm en milieu de tube.

### A-II.1.1 Essais uniaxés

Les **essais de fluage** ont été réalisés sur une machine de type MF11 d'une capacité maximale de 20 kN, équipée d'un four à trois zones de régulation (Sainton 1996). Lors de l'essai, l'application de la charge se fait par l'intermédiaire d'un bras de levier. La charge est constituée par des poids calibrés, dont la libération progressive de la charge conduit à une vitesse de mise en charge de 10 MPa/s. L'éprouvette est amarrée à l'aide d'un montage auto-serrant (cône sur cône) avec une olive calibrée striée à l'intérieur du tube. La mesure de l'allongement de l'éprouvette est effectuée à l'aide d'un extensomètre à tiges de rappel couplé à deux capteurs capacitifs. L'étalonnage est effectué sur une gamme de 25 mm avec une précision de 0,01 %. L'extensomètre est fixé sur deux entailles réalisées dans le montage pour ne pas risquer d'endommager l'éprouvette. Il mesure donc l'allongement de la partie calibrée de l'éprouvette, mais aussi l'allongement dû à l'encastrement des extrémités dans l'amarrage. Le dépouillement de l'essai nécessite donc l'utilisation d'une base de mesure équivalente dont la longueur a été déterminée lors d'une campagne d'essais de mise au point<sup>1</sup> (Sainton 1996). Toutes les machines du laboratoire de fluage sont reliées à un logiciel d'acquisition et de dépouillement.

Afin de contrôler la température en cours d'essai, trois thermocouples sont répartis sur la partie accessible de l'éprouvette, soit 36 mm. Le four permet de garantir un écart de température de  $\pm 1,5$  °C sur la base de mesure de l'éprouvette.

Les **essais d'écrouissage** dans le sens long des tubes ont été effectués sur une machine servomécanique Mayes de capacité 100 kN. Cette machine a été équipée début 1999 du système de pilotage et d'acquisition numérique RUBICON développé par la société DMG. Lors des essais, l'éprouvette est raccordée aux lignes d'amarrage par des raccords de type Swagelock (figure A-II.1). L'éprouvette est équipée d'un extensomètre à bras de levier pincé sur le tube avec une base de mesure de 25 mm ; les mesures d'allongement sont transmises par des capteurs inductifs de type LVDT. L'erreur absolue sur la mesure est de l'ordre du  $\mu\text{m}$ , mais la sensibilité de la mesure est au dixième de  $\mu\text{m}$ . Etant données les phases de mise au point de la nouvelle configuration de la machine, l'extensomètre diamétral utilisé antérieurement sur cette machine (figure A-II.2) n'a pas pu être utilisé.

<sup>1</sup> La validité de la méthode a été (re)vérifiée lors de nos essais en comparant les phases de mise en charge des essais de fluage avec les résultats des essais d'écrouissage.



Le four Pyrox employé permet de garantir un écart de température de  $\pm 3^\circ\text{C}$  sur la base de mesure. L'éprouvette est équipée de trois thermocouples : un thermocouple au centre de l'éprouvette, les deux autres étant situés à l'extérieur de la base de mesure de l'extensomètre.

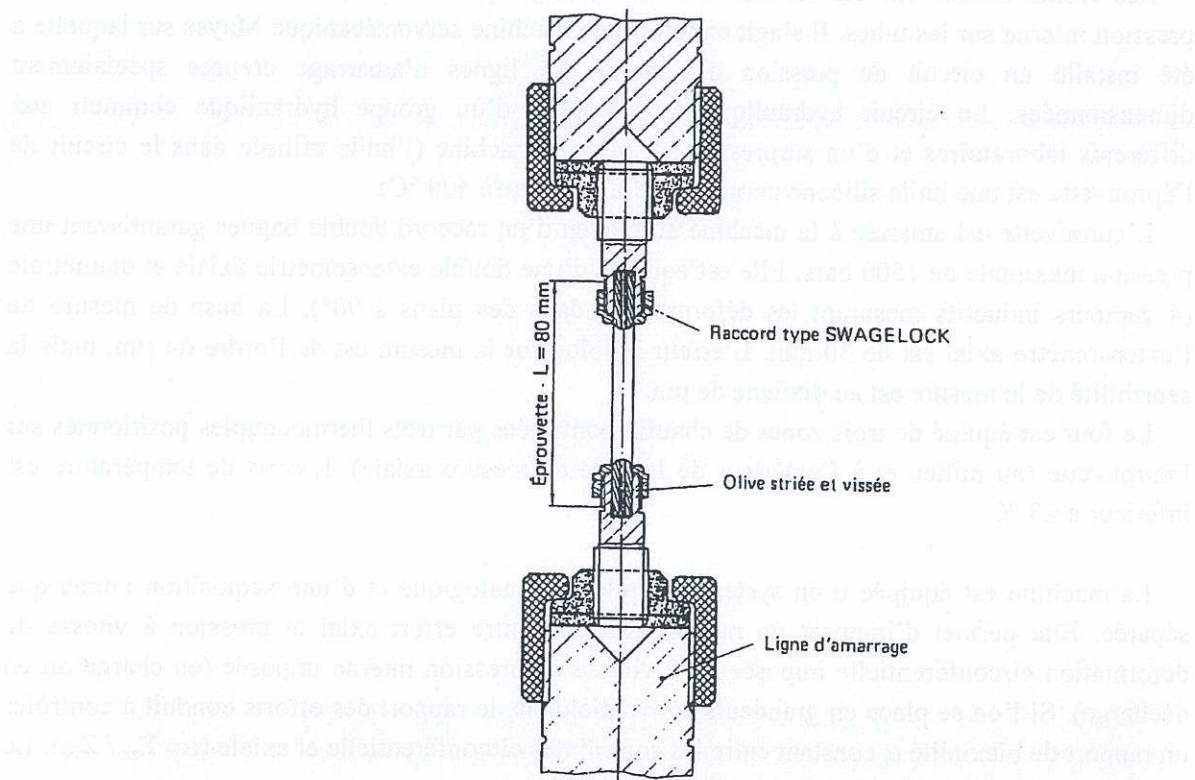


Figure A-II.1 : Schématisation du *dispositif d'amarrage de l'éprouvette sur la machine Mayes*.

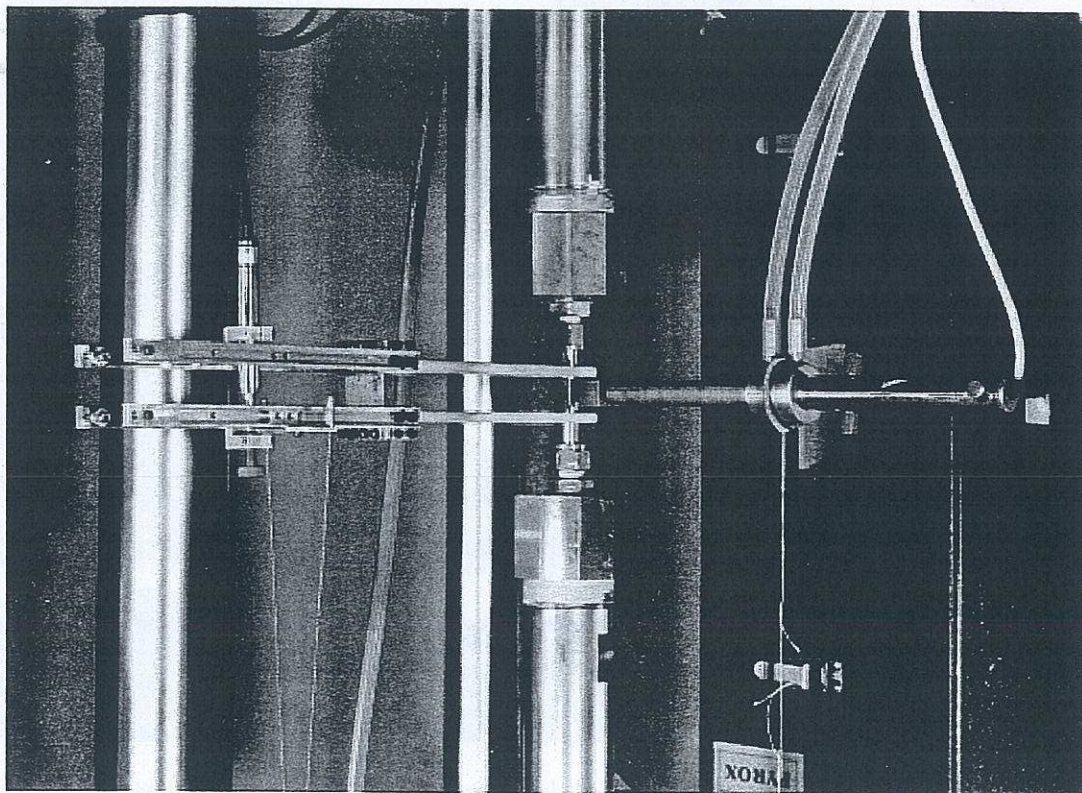


Figure A-II.2 : *Double extensométrie sur la machine Mayes*



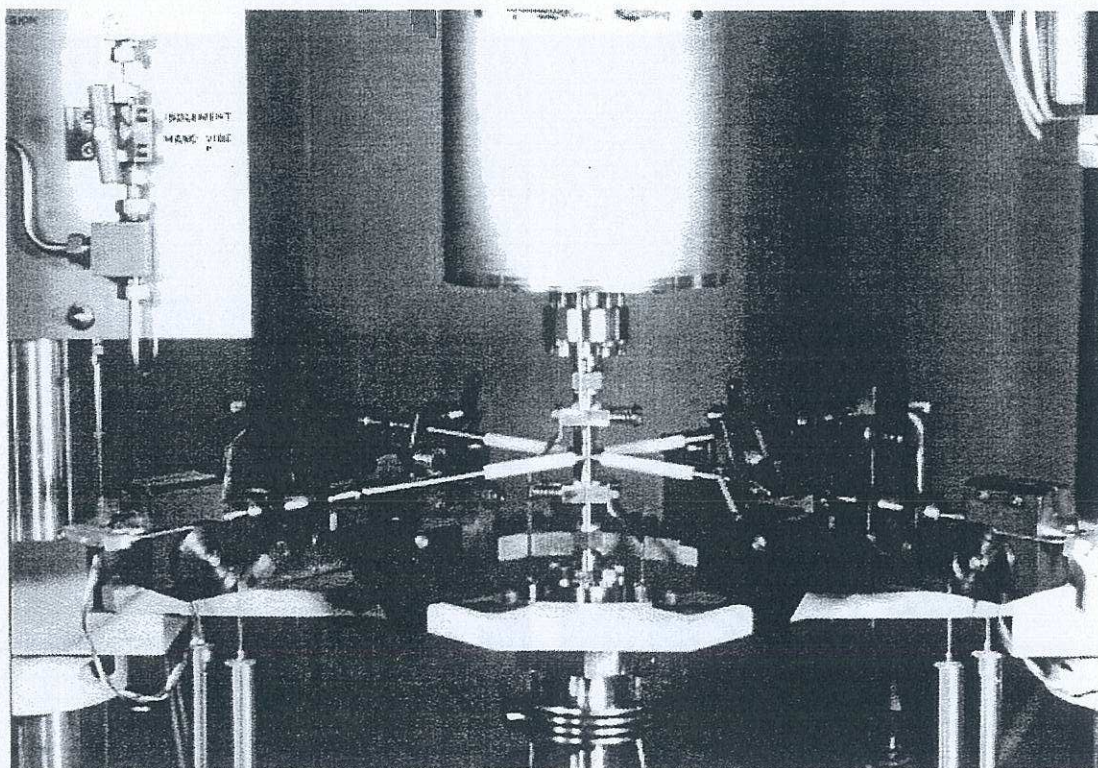
### A-II.1.2 Essais biaxés

Les **essais biaxés** ont été réalisés sur une machine permettant de combiner effort axial et pression interne sur les tubes. Il s'agit en fait d'une machine servomécanique Mayes sur laquelle a été installé un circuit de pression d'huile et des lignes d'amarrage creuses spécialement dimensionnées. Le circuit hydraulique est composé d'un groupe hydraulique commun aux différents laboratoires et d'un surpresseur dédié à la machine (l'huile utilisée dans le circuit de l'éprouvette est une huile silicone permettant d'aller jusqu'à 400 °C).

L'éprouvette est amarrée à la machine au moyen d'un raccord double bagues garantissant une pression maximale de 1500 bars. Elle est équipée d'une double extensométrie axiale et diamétrale (4 capteurs inductifs mesurant les déformations dans des plans à 90°). La base de mesure de l'extensomètre axial est de 30 mm. L'erreur absolue sur la mesure est de l'ordre du  $\mu\text{m}$ , mais la sensibilité de la mesure est au dixième de  $\mu\text{m}$ .

Le four est équipé de trois zones de chauffe contrôlées par trois thermocouples positionnés sur l'éprouvette (au milieu et à l'extérieur de la base de mesure axiale). L'écart de température est inférieur à  $\pm 3$  °C.

La machine est équipée d'un système de pilotage analogique et d'une acquisition numérique séparée. Elle permet d'imposer un rapport constant entre effort axial et pression à vitesse de déformation circonférentielle imposée ou à vitesse de pression interne imposée (en charge ou en décharge). Si l'on se place en grandeurs conventionnels, le rapport des efforts conduit à contrôler un rapport de biaxialité  $\alpha$  constant entre les contraintes circonférentielle et axiale ( $\alpha = \Sigma_{zz} / \Sigma_{\theta\theta}$ ). Le montage d'un tel essai est présenté sur la figure A-II.3.



**Figure A-II.3 :** Dispositif d'amarrage de l'éprouvette et double extensométrie sur la machine combinant effort axial et pression interne.



## A-II.2 Dépouillement des essais

Le développement et l'identification de relations de comportement contrainte-déformation fait appel de plus en plus souvent à des expériences multiaxiales. La géométrie tubulaire de révolution est fréquemment utilisée pour ce type d'essais car elle permet de générer sous des sollicitations de traction, de torsion et de pression (interne ou externe) des champs de contrainte et de déformation pratiquement uniformes si le rapport épaisseur du tube ( $e$ ) sur diamètre moyen ( $\phi_m$ ) est suffisamment faible. C'est le plus souvent avec les hypothèses de tube mince que sont analysées ces expériences, ce qui permet de les simuler sans faire appel à un calcul de structure. Cependant, dans certaines conditions de sollicitations (Hettinger 1996, Geyer 1997), ces hypothèses simplifiées peuvent conduire à des erreurs importantes.

Des calculs par éléments finis ont été effectués précédemment (Geyer 1997) en utilisant le modèle de comportement anisotrope développé au LMA-RC. Ces calculs avaient permis de quantifier l'hétérogénéité des champs de contrainte et de déformation dans l'épaisseur des tubes. L'inhomogénéité de la déformation circonférentielle avait été quantifiée en déterminant le rapport entre la déformation moyenne et la déformation en paroi externe : l'inhomogénéité, fonction du rapport de biaxialité, restait inférieure à 15 % pour les tubes de gaine, mais pouvait aller jusqu'à 40 % pour les tubes épais testés au LMA-RC. Des comparaisons SiDoLo (point matériel) - Aster (code aux éléments finis) avaient permis de montrer que les relations entre grandeurs moyennes donnaient directement le comportement du matériau.

L'objectif de ce paragraphe est de présenter une méthode de dépouillement qui intègre ces hétérogénéités.

Dans notre étude, les matériaux sont fournis directement sous forme de produits tubulaires dont les dimensions sont rappelés dans le tableau A-II.1.

Référence du produit	Diamètre externe : $\phi_{ext}$ (mm)	épaisseur : $e$ (mm)	$e/\phi_m$
X1 Rx	9,5	0,57	1/15,7
U483	14,3	1,21	1/10,8
U556	14,5	1,31	1/10,1

**Tableau A-II.1 : Dimension des tubes de l'étude.**

### A-II.2.1 Formulation du problème

La structure étudiée est un tube cylindrique de révolution qui permet d'imposer des hypothèses simplificatrices au niveau de la solution. En effet le caractère axisymétrique du problème nous permet d'écrire les champs de déplacement et de contrainte sous la forme :

$$\underline{U}(M,t) = u(r,t) \underline{e}_r + E_{zz}(t) z \underline{e}_z \text{ et } \underline{\Sigma}(M,t) = \underline{\Sigma}(r,t)$$



En outre, le repère principal de  $\Sigma$  est fixe et coïncide avec la base locale du repère géométrique associé aux coordonnées cylindriques ( $\underline{e}_r, \underline{e}_\theta, \underline{e}_z$ ). Les fonctions inconnues du problème sont donc :  $\{u(r,t), E_{zz}(t) ; \Sigma_{rr}(r,t), \Sigma_{\theta\theta}(r,t), \Sigma_{zz}(r,t)\}$ .

Le tube, de rayons interne  $a$  et externe  $b$ , étant soumis à une pression interne  $P$  et à un effort axial  $F$  (en plus de l'effet de fond dû à la pression interne), les équations d'équilibre sont :

$$\forall M \in \Omega \quad \text{div}(\Sigma) = 0 ; \text{ pour } r = a : \Sigma_{rr} = -P(t) ; 2\pi \int_a^b r \Sigma_{zz} dr = F(t) + P(t) \frac{a^2}{b^2 - a^2}$$

Avec la forme du champ de déplacement et dans l'hypothèse des petites perturbations, le repère principal de la déformation linéarisée  $\epsilon$  est fixe et coïncide également avec la base locale du repère géométrique associé aux coordonnées cylindriques ( $\underline{e}_r, \underline{e}_\theta, \underline{e}_z$ ). Ses composantes sont :

$$\epsilon_{rr} = \frac{\partial u}{\partial r}, \epsilon_{\theta\theta} = \frac{u}{r}, \epsilon_{zz} = E_{zz}.$$

Pour compléter la mise en équation du problème, il est nécessaire de se donner le comportement du matériau considéré, dont l'anisotropie éventuelle doit être compatible avec l'axisymétrie du problème.

#### A-II.2.2 Dépouillement de l'essai dans la phase élastique

Pour simplifier le problème, on suppose l'élasticité isotrope. La détermination du module d'Young et du coefficient de Poisson dans les différentes directions de sollicitations étudiées devrait nous permettre de juger de cette hypothèse.

Il s'agit ici d'un problème classique en élasticité dont on trouve la solution exacte dans les ouvrages pédagogiques traitant de la théorie de l'élasticité. Exprimée à partir des grandeurs accessibles expérimentalement (allongement axial  $\Delta L$  et circonférentiel  $\Delta\phi$ , effort axial  $F$  et pression interne  $P$ ), la solution s'écrit :

$$\begin{cases} \frac{\Delta L}{L} = \frac{1}{E} \left( \frac{F}{\pi(b^2 - a^2)} - 2\nu \frac{P a^2}{b^2 - a^2} \right) \\ \frac{\Delta\phi}{\phi} = \frac{1}{E} \left( \frac{2P a^2}{b^2 - a^2} - \nu \frac{F}{\pi(b^2 - a^2)} \right) \end{cases}$$

Le système précédent permet donc d'accéder au module d'Young et au coefficient de Poisson à partir de la solution exacte en élasticité.



### A-II.2.3 Dépouillement en élasto-viscoplasticité (Boubidi et Pilvin 1996)

L'idée est de rechercher un dépouillement en travaillant sur les moyennes des champs de contrainte et de déformation.

La construction d'un champ de contrainte statiquement admissible (SA) avec les données en effort ne pose pas de difficultés particulières. Avec les notations définies précédemment, on peut choisir un champ affine par rapport à  $r$  :

$$\Sigma_{rr} = \frac{-P}{e}(b-r) ; \Sigma_{\theta\theta} = \frac{P}{e}(2r-b) ; \Sigma_{zz} = \frac{F}{\pi(b^2-a^2)}$$

On en déduit les contraintes moyennes dans le tube en fonction du paramètre  $\eta = \frac{e}{\phi_m}$  :

$$\langle \Sigma_{rr} \rangle = \frac{-P}{2} \left(1 - \frac{\eta}{3}\right) ; \langle \Sigma_{\theta\theta} \rangle = \frac{P}{2\eta} \left(1 - \eta + \frac{2}{3}\eta^2\right) ; \langle \Sigma_{zz} \rangle = \frac{F}{\pi\eta\phi^2}$$

Le dépouillement classique correspond à une approximation à l'ordre  $\eta^{-1}$ . Il semble plus raisonnable de retenir une **approximation à l'ordre  $\eta^0$** . Il faut également estimer à partir des mesures de déformations (en  $r = b$ ) les valeurs moyennes de la déformation. Si l'on suppose l'écoulement plastique incompressible, on obtient en écrivant la compatibilité de la déformation et en supposant l'élasticité isotrope :

$$tr(\epsilon) = \frac{1-2\nu}{E} tr(\Sigma) \text{ soit } r \frac{d\epsilon_{\theta\theta}}{dr} + 2\epsilon_{\theta\theta} = \frac{1-2\nu}{E} tr(\Sigma) - \epsilon_{zz}$$

Si l'on utilise l'approximation SA précédente pour  $\Sigma$  et la mesure de la déformation axiale pour estimer le second membre de cette équation différentielle, on peut l'intégrer analytiquement ( $\epsilon_{\theta\theta}(r) = Ar + B + Cr^{-2}$ ) et obtenir une approximation de  $\langle \epsilon_{\theta\theta} \rangle$  :

$$\langle \epsilon_{\theta\theta} \rangle = A \frac{\phi}{2} \left(1 + \frac{1}{3}\eta^2\right) + B + \frac{2C}{\eta\phi^2} \ln\left(\frac{1+\eta}{1-\eta}\right)$$

où A, B et C sont des constantes qui s'expriment en fonction de la géométrie, des mesures et des coefficients d'élasticité :

$$A = \frac{1-2\nu}{E} \frac{P}{e} ; B = \frac{1-2\nu}{E} \left( \frac{1}{2} \langle \Sigma_{zz} \rangle - b \frac{P}{e} \right) - \frac{1}{2} \epsilon_{zz}(r=b) ; C = b^2 (\epsilon_{\theta\theta}(r=b) - bA - B)$$



## A-II.3 Synthèse des essais effectués à EDF sur le produit X1 Rx

Biaxialité : $\alpha = \Sigma_{zz}/\Sigma_{\theta\theta}$	Repère éprouvette	Machine d'essai	Type d'essai	Chargement	Deformation en fin d'essai
$\alpha = \infty$ (traction uniaxiale)	2077-12	Mayes	écrouissage + Charge/Décharge + relaxation multiple	$\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{zz} = 8 \%$
	2077-15	Mayes	écrouissage + relaxation multiple	$\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{zz} = 0,25 \%$
	2077-14	Mayes	écrouissage + Charge/Décharge + relaxation multiple	$\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-7} /s$	$\epsilon_{zz} = 3 \%$
	X1AB1-01	Adamel	écrouissage jusqu'à rupture	$\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{zz} > 20 \%$
	2459-AB2	Mayes	écrouissage	$\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{zz} = 0,2 \%$
	2471-BC5	Labo fluage	Fluage	$\Sigma_{zz} = 340$ MPa	tf = 2000h $\epsilon_{zz} = 2 \%$
	2077-16	Labo fluage	Fluage incrémental	$\Sigma_{zz} = 200$ à 370 MPa	tf = 2500 h $\epsilon_{zz} = 2,7 \%$
$\alpha = 0$ (Reprise de l'effet de fond)	2471-CD6	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 3,8 \%$
	2471-DE2	Erdimat	Ecrouissage + Charge/Décharge	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4,05 \%$
	2077-13	Erdimat	Ecrouissage + relaxation multiple	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 6,4 \%$
	2077-01	Erdimat	Ecrouissage +relax	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-5} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4 \%$
	2077-06	Erdimat	Ecrouissage +relax	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-6} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 2,8 \%$
	2459-11		Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 0,2 \%$
$\alpha = 0,25$	2471-DE4	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4,15 \%$
$\alpha = 0,5$	2471-CD7	Erdimat	Ecrouissage+relax	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4,4 \%$
$\alpha = 0,625$	2471-CD2	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4 \%$
	2077-08	Erdimat	Ecrouissage+relax	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-6} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4,2 \%$
	2471-CD8	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 0,15 \%$
	2471-DE6	Erdimat	Fluage (tf = 2500h)	32bars /s $\Rightarrow$ $\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 1,8.10^{-4} /s$	$\Sigma_{\theta\theta} = 500$ à $520$ MPa ; $\epsilon_{\theta\theta} = 2,25 \%$
$\alpha = 0,75$	2471-CD4	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4,1 \%$
$\alpha = 0,875$	2471-DE3	Erdimat	Ecrouissage+relax	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4,2 \%$
$\alpha = 1$	2471-CD5	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4,1 \%$
	2471-DE1	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 4.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 2,8 \%$
	2471-DE5	Erdimat	Fluage	2,9bars /s $\Sigma_{zz} = 700$ à 950 MPa	$\Sigma_{zz} = 700$ à $950$ MPa ; $\epsilon_{\theta\theta} > 20 \%$

Tableau A-II.2 : Synthèse des essais effectués à 20 °C.



Biaxialité : $\alpha = \Sigma_{zz}/\Sigma_{\theta\theta}$	Repère éprouvette	Machine d'essai	Type d'essai	Chargement	Deformation en fin d'essai
$\alpha = \infty$ (traction uniaxiale)	2077-17	Mayes	écrouissage + Charge/Décharge + relaxation multiple	$\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{zz} = 7,6 \%$
	2077-18	Mayes	écrouissage + Charge/Décharge + relaxation multiple	$\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-7} /s$	$\epsilon_{zz} = 4,3 \%$
	X1AB1-02	Adamel	écrouissage jusqu'à rupture	$\dot{\epsilon}_{zz} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{zz} > 20 \%$
	2471-BC1	Labo fluage	Fluage incrémental	$\Sigma_{zz} = 123$ et 173 MPa	tf=2*900h $\epsilon_{zz} = 8 \%$
	2471-BC2	Labo fluage	Fluage	$\Sigma_{zz} = 147$ MPa	tf = 900h $\epsilon_{zz} = 2,8 \%$
	2471-BC3	Labo fluage	Fluage à rupture	$\Sigma_{zz} = 200$ MPa	tf > 500h
$\alpha = 0$ (Reprise de l'effet de fond)	2471-AB4	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 1,2 \%$
	2471-BC4	Erdimat	Ecrouissage + Charge/Décharge + relaxation multiple	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 3,3 \%$
	2459-14	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 6,3 \%$
	2459-13	Erdimat	Ecrouissage + relaxation multiple	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 6,4 \%$
	2077-05	Erdimat	Ecrouissage +relax	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-6} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4.33 \%$
$\alpha = 0,5$	2471-AB1	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 1,2 \%$
	2471-AB7	Erdimat	Ecrouissage + Charge/Décharge + relaxation	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 5 \%$
	2471-BC7	Erdimat	Fluage	3,2bars/s	$\epsilon_{\theta\theta} =$
$\alpha = 0,625$	2077-07	Erdimat	Ecrouissage+relax	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 4,5 \%$
$\alpha = 0,75$	2471-AB2	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 1 \%$
$\alpha = 1$	2471-AB3	Erdimat	Ecrouissage	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 0,8 \%$
	2471-CD1	Erdimat	Ecrouissage + Charge/Décharge	$\dot{\epsilon}_{\theta\theta} = 2.10^{-4} /s$	$\epsilon_{\theta\theta} = 1,85 \%$

Tableau A-II.3 : Synthèse des essais effectués à 350 °C.















---

## Annexe A - III

# Méthodes d'observation en microscopie électronique à transmission

---

Quatre points distincts sont successivement abordés dans cette annexe. Le premier paragraphe traite des techniques associées à la microscopie électronique en transmission (détermination de l'orientation d'un grain et de la nature d'une dislocation). Lors de la quantification, un système de glissement dans un grain a été considéré comme activé lorsque plus de 20 dislocations de ce système étaient observées en MET. La densité de dislocations correspondante est estimée dans le deuxième paragraphe. Les figures de pôles déterminées à partir des populations observées en MET sont détaillées essai par essai dans le troisième paragraphe. Une analyse de l'influence de l'orientation des grains sur les modes de déformation est présentée dans le dernier paragraphe.



### A-III.1 Techniques d'observations en MET (Feaugas 1994)

La microscopie électronique à transmission donne une information très localisée sur la déformation plastique, puisqu'en général l'analyse se porte sur les caractéristiques d'une seule dislocation ou d'un amas de dislocations. Il est possible d'accéder au sens du glissement (vecteur de Burgers), au vecteur tangent à la ligne de dislocation  $\mathbf{u}$  et à la normale au plan de glissement  $\mathbf{n}$ .

#### A-III.1.1 Le microscope

Le microscope utilisé est un Jéol 100CX2. La tension de travail est de 100 kV. Le porte-échantillon permet un mouvement goniométrique d'inclinaison (tilt) oscillant entre +60 et -60°. Les lames minces, pour ce type d'observation, ont été obtenues de la manière suivante : des rondelles de 3 mm de diamètre sont prélevées (par électroérosion ou par voie mécanique, la direction axiale étant repérée par deux entailles) dans la zone utile des éprouvettes sollicitées. Elles sont ensuite amincies, tout d'abord par polissage mécanique jusqu'à une épaisseur d'environ 150  $\mu\text{m}$ , puis par voie électrolytique par la méthode du double jet. L'opération se fait à -35 °C sous une tension de 15 V, dans un bain dont la composition est la suivante : 10 % d'acide perchlorique, 20 % d'éther monobuthylique de l'éthylène glycol et 70 % de méthanol.

#### A-III.1.2 Projection stéréographique

L'orientation du cristal par rapport à la lame mince est obtenue grâce à la projection stéréographique. En effet, celle-ci est une représentation plane de l'espace cristallin tridimensionnel. Cette représentation est basée sur le principe de l'inversion qui transforme une sphère en un plan qui est, par convention, le plan moyen de la lame mince. Le cristal, supposé infiniment petit, est situé au centre d'une sphère, appelée sphère de projection. La projection ne concernera que la partie supérieure de la sphère. Chaque plan  $\{hkl\}$  du cristal est représenté par son pôle  $P_{hkl}$  résultat de l'intersection de la normale  $n_{hkl}$  au plan  $(hkl)$  et de la sphère projection.

La projection de ce pôle sur le plan équatorial  $\Pi$  (figure A-III.1) est le point  $P'_{hkl}$  ( $P' \in \Pi$ ) : intersection de la droite  $(P_{hkl}P)$  avec le plan  $\Pi$ .

Par ailleurs, le plan  $(hkl)$  coupe la sphère selon un demi-cercle, appelé *trace de  $(hkl)$*  qui se projette également sur le plan  $\Pi$ .

Un plan  $(hkl)$  peut donc être défini dans la projection stéréographique ( $\Pi$ ) par la projection  $P'_{hkl}$  et la projection de sa trace. L'angle séparant les traces des plans dans la projection  $\Pi$  est égal à l'angle séparant ces plans au sein du cristal (de même pour les directions).

#### A-III.1.3 Identification du vecteur de Burgers d'une dislocation

D'après la théorie de la diffraction, une dislocation parfaite devient invisible en condition *deux ondes* (faisceau transmis + un seul faisceau diffracté), si les deux relations suivantes sont satisfaites :

- (1)  $(\mathbf{g}, \mathbf{b}, \mathbf{u}) = 0$  (le produit mixte)
- (2)  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$

$\mathbf{b}$  : Vecteur de Burgers de la dislocation

$\mathbf{u}$  : Vecteur tangent à la ligne de dislocation

$\mathbf{g}$  : Vecteur normal au plan qui diffracte



Lorsque les dislocations ont un caractère vis la relation (2) devient nécessaire et suffisante.

$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  est appelé critère d'extinction.

Dans la littérature, des tableaux d'extinction sont disponibles, répertoriant les valeurs de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  pour plusieurs réflexions dans la structure hexagonale compacte pour les vecteurs de Burgers  $a/3\langle 1120 \rangle$ ,  $a/6\langle 1123 \rangle$  et  $\langle 0001 \rangle$ . Le mouvement de rotation de la platine nous permet d'exciter successivement différents vecteurs de diffraction  $\mathbf{g}$  et donc d'obtenir plusieurs valeurs de  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ . A l'aide du tableau d'extinction, il est alors possible d'identifier le vecteur de Burgers.

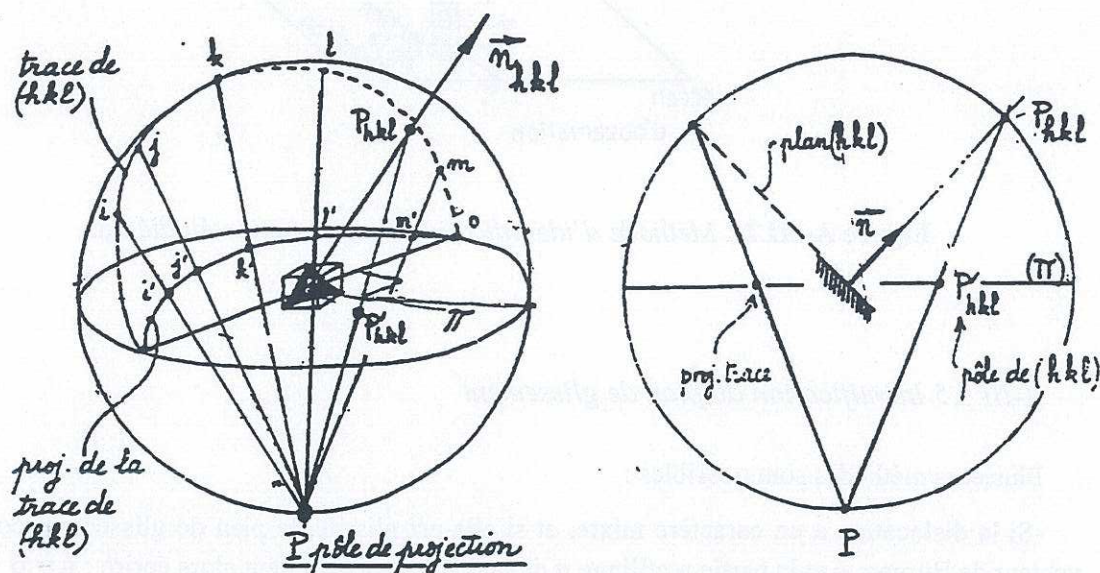


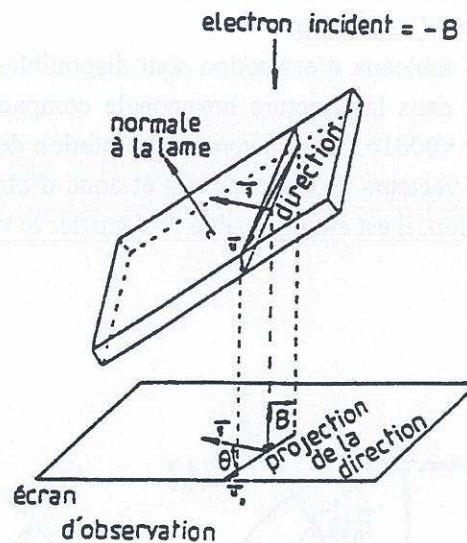
Figure A-III.1 : Principe de la projection stéréographique.

#### A-III.1.4 Identification de la ligne de dislocation

Même lorsque la dislocation a une forme linéaire complexe, il est possible d'identifier la ligne de dislocation en ne s'intéressant qu'à une partie rectiligne de celle-ci. Le problème se ramène donc à l'identification d'une direction  $\mathbf{u}$ . La méthode consiste à observer la zone à analyser sous différents angles de basculement. Pour chacun d'eux, la direction recherchée est située dans un plan contenant la projection de cette direction  $\mathbf{u}_a$  et la direction du faisceau incident  $\mathbf{B}_a$  (figure A-III.2). Si la direction recherchée n'est pas parallèle à l'axe de basculement, on détermine alors autant de plans que d'angles de basculement et la direction recherchée se trouve à l'intersection commune de ces plans.

Dans la pratique, on mesure l'angle  $\theta$  entre le vecteur de diffraction  $\mathbf{g}$  et la projection de la direction  $\mathbf{u}_a$  déduction faite des rotations induites par les lentilles électromagnétiques. Ceci permet de situer  $\mathbf{u}_a$  dans la projection stéréographique. On construit alors les différents plans  $(\mathbf{u}_a, \mathbf{B}_a)$  dont l'intersection nous donne  $\mathbf{u}$ .





**Figure A-III.2 : Méthode d'identification de la direction étudiée  $u$ .**

#### A-III.1.5 Identification du plan de glissement

Plusieurs méthodes sont possibles :

-Si la dislocation a un caractère mixte, et si elle est glissile, le plan de glissement contient le vecteur de Burgers  $b$  et la partie rectiligne  $u$  de la dislocation. On peut alors écrire :  $n = b \wedge u$ .

-Si l'analyse porte sur une dislocation non rectiligne, il est possible de déterminer directement  $n$  en faisant diffracter un  $g$  tel que :  $n$  soit normale au faisceau d'électrons et la dislocation reste visible pour  $g$ . Dans ces conditions, une dislocation courbe apparaît rectiligne. Notons que cette méthode peut être utilisée afin de mettre en évidence la présence du glissement dévié ; la dislocation n'apparaît plus comme étant rectiligne, mais un des crans de décrochement est observable. Ces crans correspondent à la partie de la dislocation qui se trouve dans le plan de déviation.

-Dans le cas particulier d'une déformation par écoulement très localisé de la matière, il est possible d'observer des bandes de cisaillement et/ou des empilements de dislocations. Une bande définit une ligne portée par un vecteur  $u$ , qui correspond à l'intersection du plan de glissement avec le plan de la lame mince. L'identification de cette direction et du vecteur de Burgers des dislocations suffit à déterminer la normale au plan de glissement. En effet, la normale au plan de glissement est déterminée par :  $n = u \wedge b$



### A-III.2 Calcul de la densité de dislocations dans un grain

Pour pouvoir comparer les quantifications en MET aux résultats de simulations numériques, on cherche à définir un seuil en densité de dislocations au dessus duquel un système de glissement sera considéré comme activé.

La densité volumique totale de dislocations dans un grain s'exprime de la manière suivante :

$$\rho = n_d \frac{l_d}{eA}$$

avec  $n_d$  le nombre de dislocations observées ;

$l_d$  la longueur moyenne d'une dislocation projetée sur l'écran ;

$e$  l'épaisseur de la lame ( $e = 600 \pm 300$  nm);

$A$  la surface d'un grain ( $A = \frac{\pi}{4} \phi^2$  avec  $\phi \approx 10 \mu\text{m}$ , taille moyenne d'un grain).

Dans le cadre de notre étude, nous avons considéré qu'un système de glissement est activé lorsqu'une vingtaine de dislocations est observée dans un grain ( $n_d = 20$ ). Pour calculer le critère d'activation d'un système, la longueur moyenne de dislocation est prise égale à  $\phi/2 \approx 5 \mu\text{m}$ .

Au niveau de la modélisation, nous avons donc considéré qu'un système de glissement est *activé* lorsque la densité de dislocations dépasse  $2.10^{12} \text{ m}^{-2}$ .

### A-III.3 Figures de pôles déterminées en MET lors des quantifications

Lors de la quantification de l'activation des différents systèmes de déformation après écrouissage, pour chaque grain étudié, une projection stéréographique (orientation du cristal dans le repère de l'échantillon  $e_r, e_\theta, e_z$ ) a été déterminée à partir de la position (angles polaires) de deux plans prismatiques et/ou d'un plan prismatique et du plan de base. Les figures de pôles (0002) obtenues sont présentées ci-après.

Pour corréler ces résultats aux analyses de texture par diffraction des rayons X, nous avons regardé, pour les mêmes échantillons, la position des pôles (0002) par rapport à la direction radiale  $e_r$ . Sur les figures A-III.3 et 4 sont représentées la fraction volumique de grains  $f_v$  en fonction de l'angle  $\phi$  entre la normale au plan de base (0002) et la direction radiale  $e_r$  pour tous les essais observés et la texture obtenue par diffraction des rayons X. Dans tous les cas étudiés, il existe une bonne corrélation entre les textures « microscopique » et « macroscopique ». En particulier, on observe bien un renforcement des pôles (0002) à  $\pm 30^\circ$  de la direction  $e_r$ .



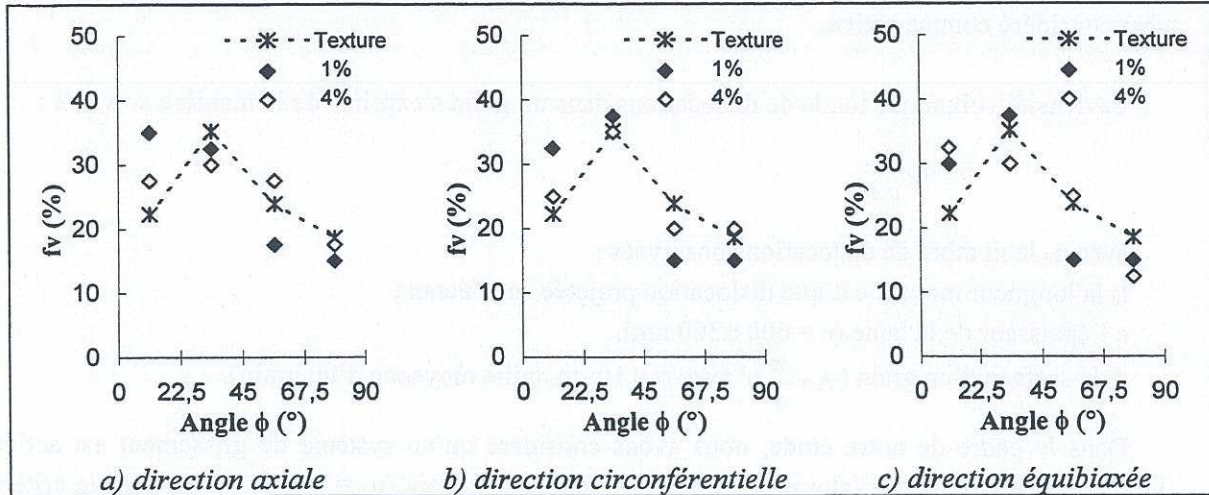


Figure A-III.3 : Densité de pôles (0002) suivant l'angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$  pour les textures obtenues par diffraction des rayons X et en MET lors des quantifications à 20 °C.

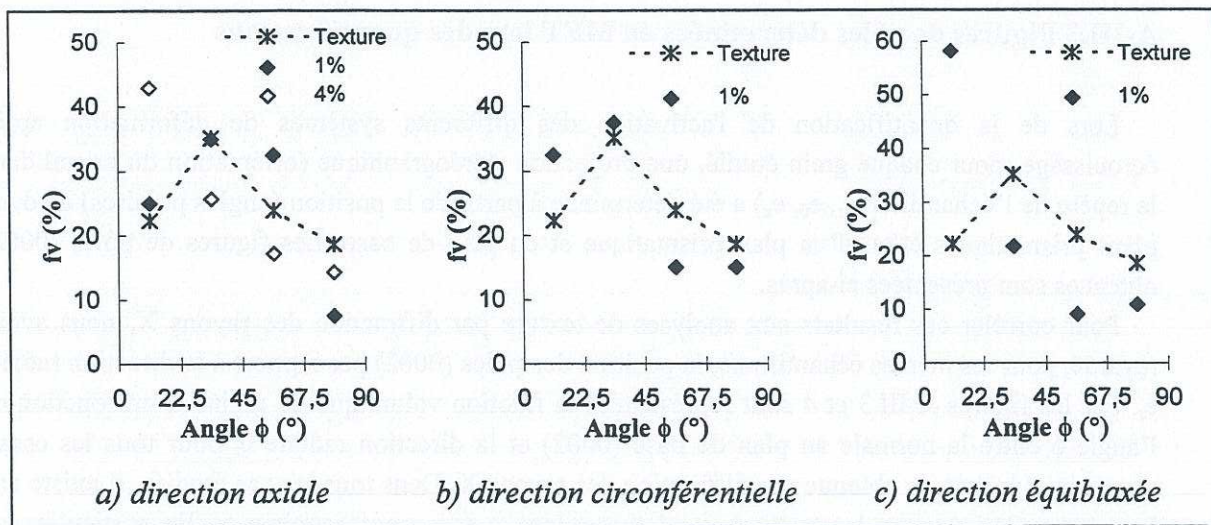


Figure A-III.4 : Densité de pôles (0002) suivant l'angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$  pour les textures obtenues par diffraction des rayons X et en MET lors des quantifications à 350 °C.



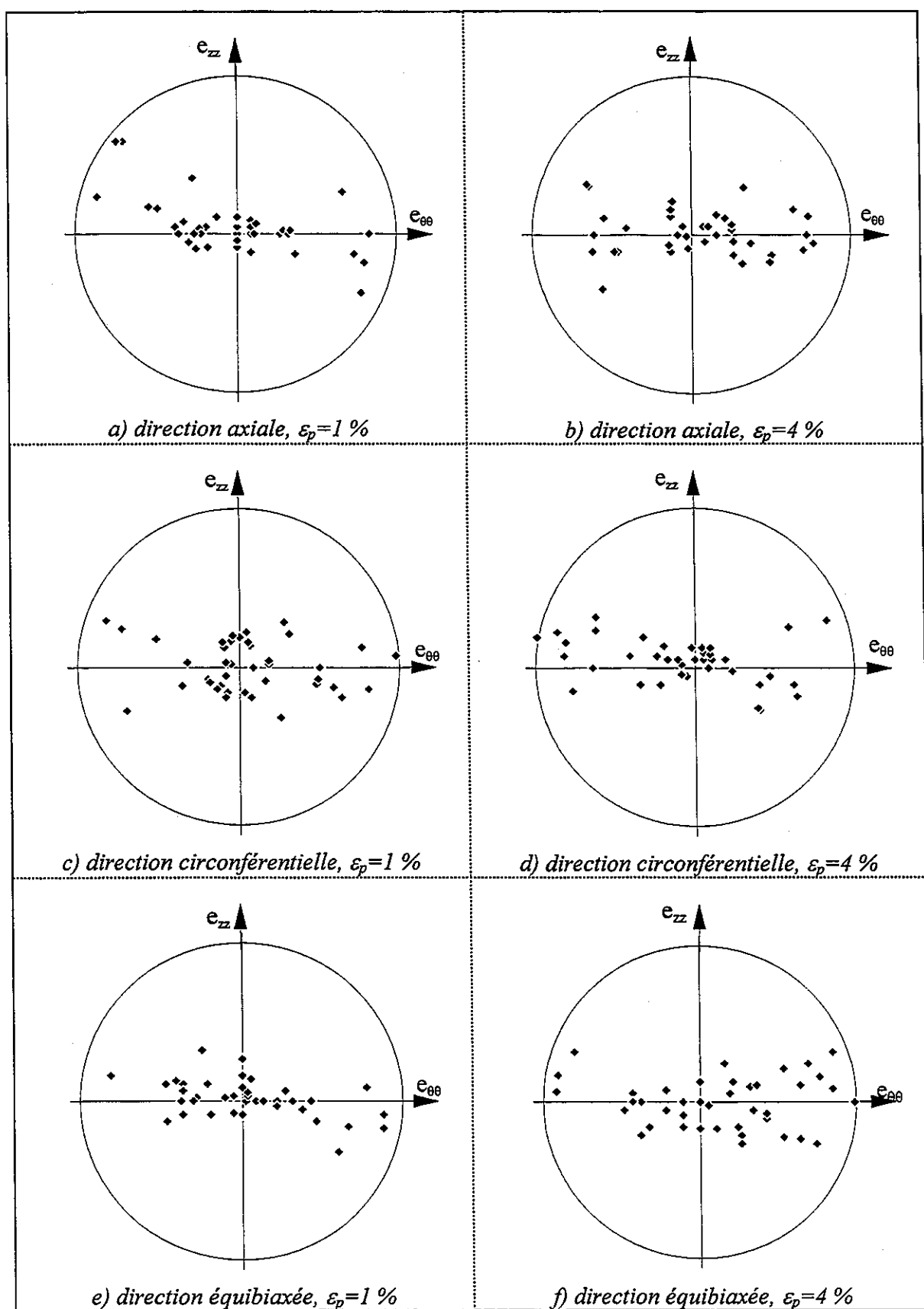


Figure A-III.5 : Figures de pôles(0002) de la population de grains observée en MET :  
éprouvettes testées en écrouissage à 20 °C.



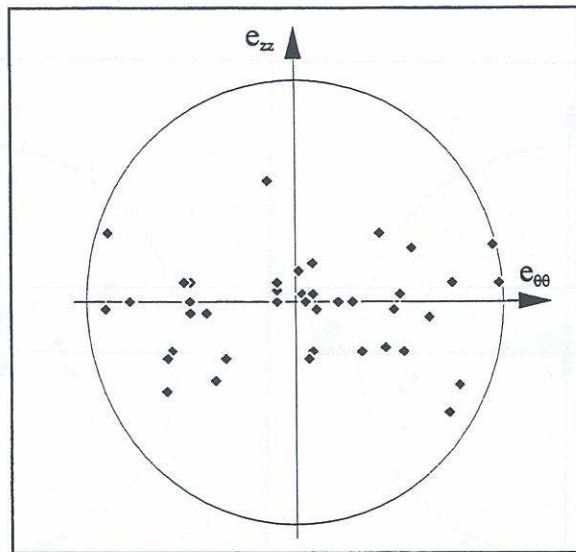


Figure A-III.6 : Figures de pôles(0002) de la population de grains observée en MET : éprouvette testée en écrouissage à 20 °C dans la direction biaxée ( $\alpha=0,62$ ),  $\varepsilon_p=0,2$  %.

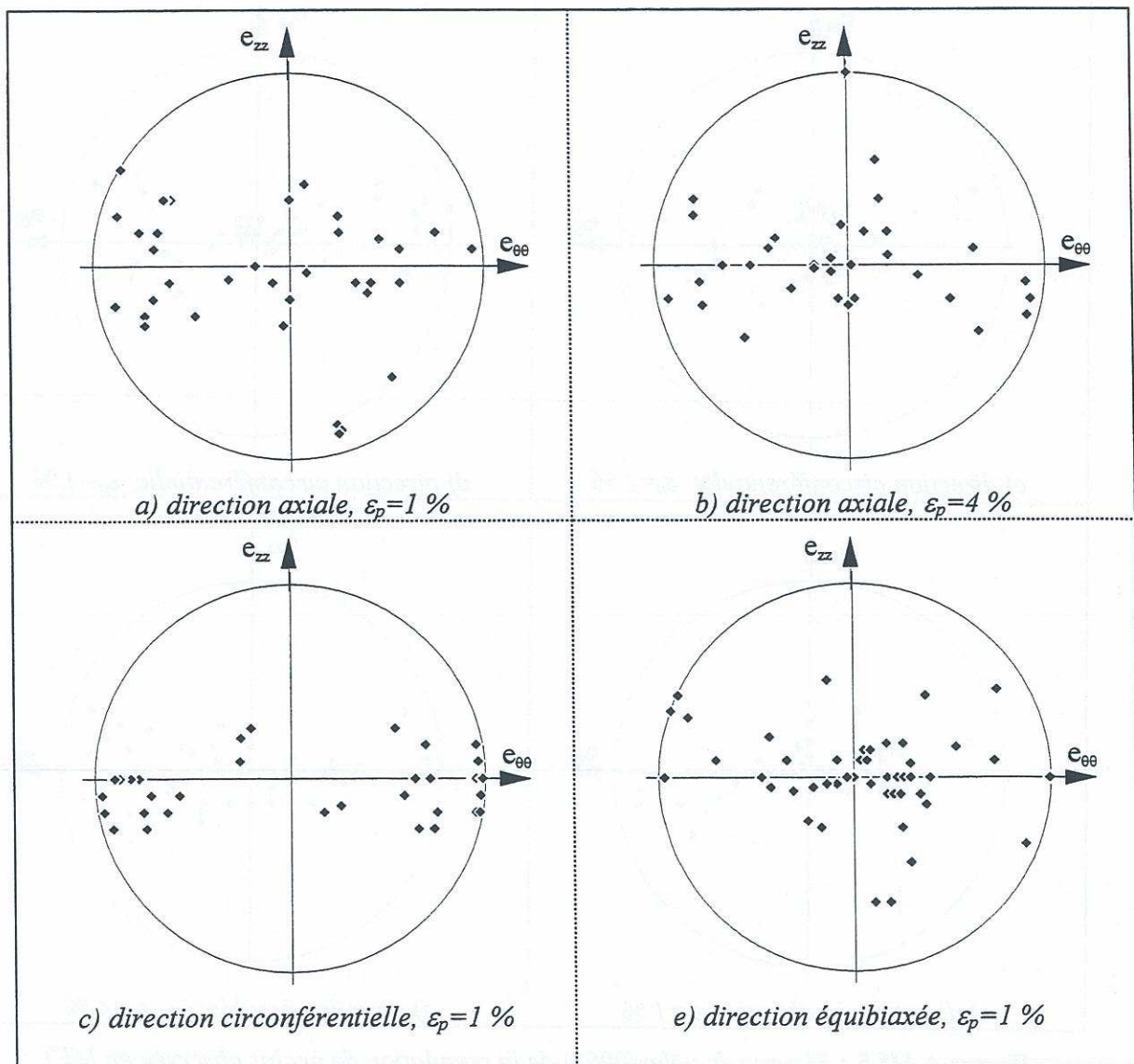
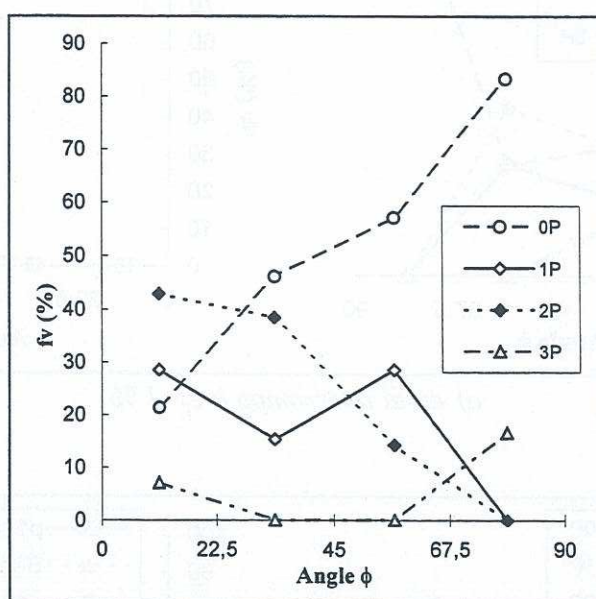


Figure A-III.7 : Figures de pôles(0002) de la population de grains observée en MET : éprouvettes testées en écrouissage à 350 °C.

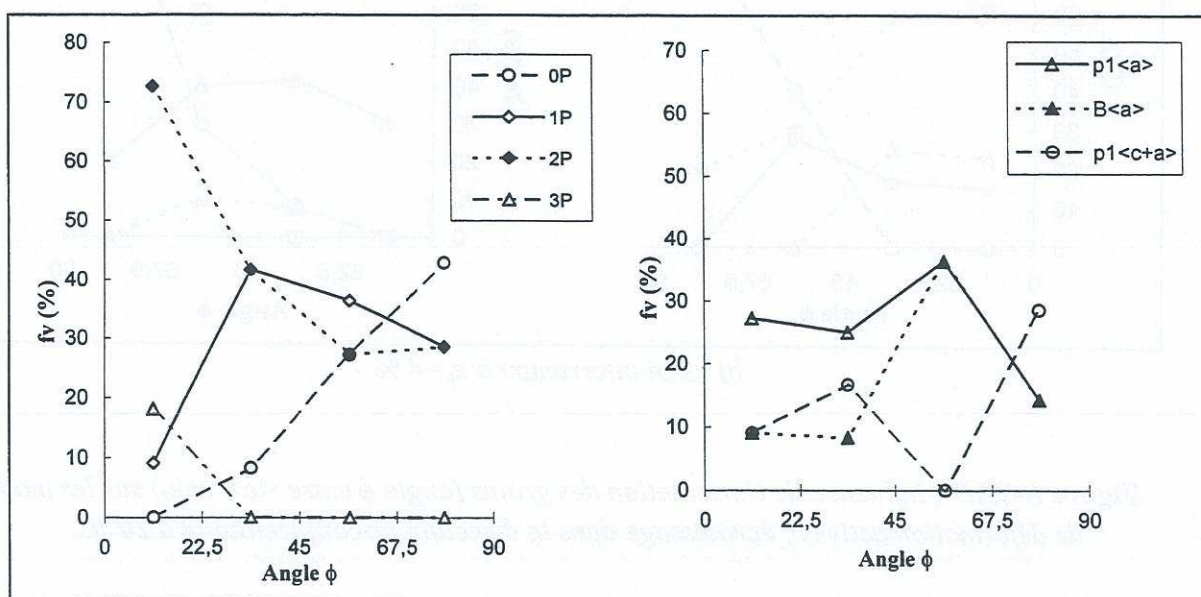


### A-III.4 Influence de l'orientation des grains sur les modes de déformation activés

L'activation des différents modes de déformation a été étudiée en fonction de l'orientation de l'axe  $\langle c \rangle$  dans la fibre de la texture. Cette orientation est repérée par l'angle  $\phi$  entre l'axe  $\langle c \rangle$  des grains et la direction radiale des tubes  $e_r$ . Quelles que soient la direction de chargement et le niveau de déformation plastique, l'activation des modes de déformation est fonction de l'angle  $\phi$  (figures A-III.8 à 13). En particulier dans la direction circonférentielle, le maillage comme le glissement  $\langle c+a \rangle \pi_1$  sont activés dans des grains dont l'axe  $\langle c \rangle$  est proche de la direction  $e_\theta$  ( $\phi > 45^\circ$ ).



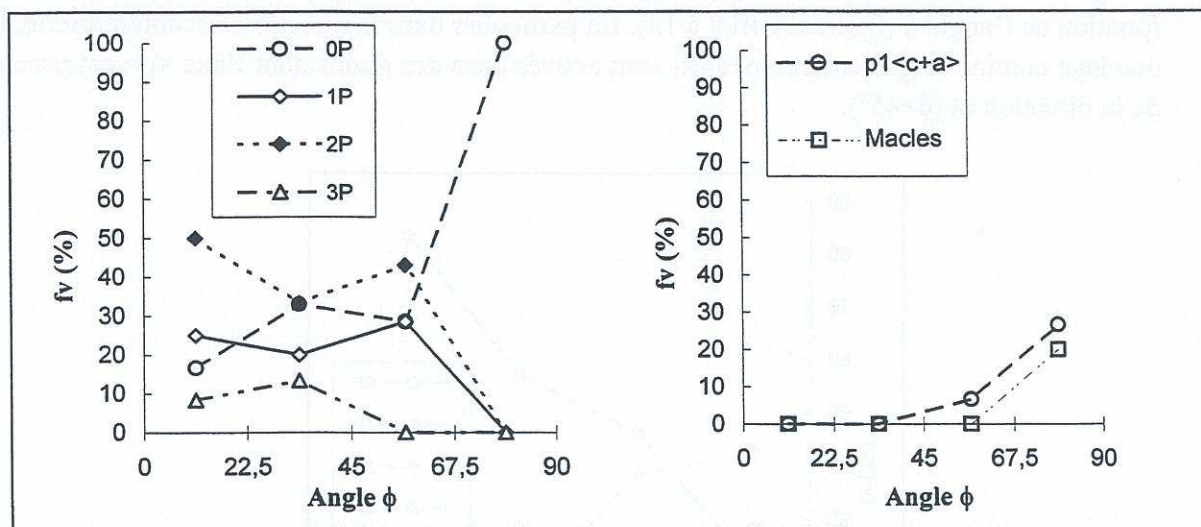
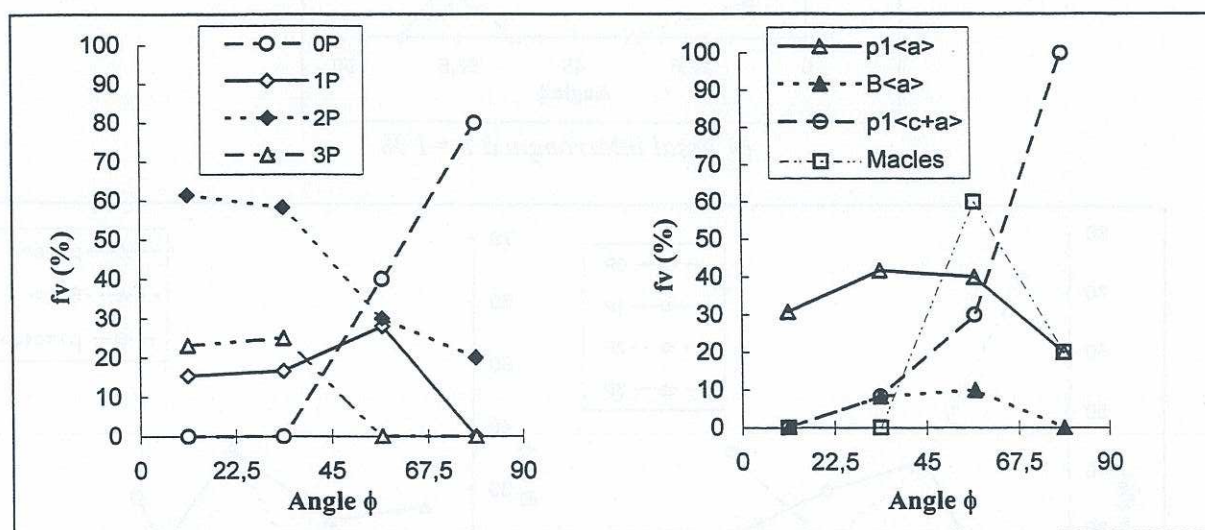
a) essai interrompu à  $\varepsilon_p = 1 \%$



b) essai interrompu à  $\varepsilon_p = 4 \%$

Figure A-III.8 : Influence de l'orientation des grains (angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$ ) sur les modes de déformation activés ; écroutissage dans la direction axiale à  $20^\circ\text{C}$ .



a) essai interrompu à  $\varepsilon_p = 1\%$ b) essai interrompu à  $\varepsilon_p = 4\%$ 

**Figure A-III.9 : Influence de l'orientation des grains (angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$ ) sur les modes de déformation activés ; écrouissage dans la direction circonférentielle à 20 °C.**



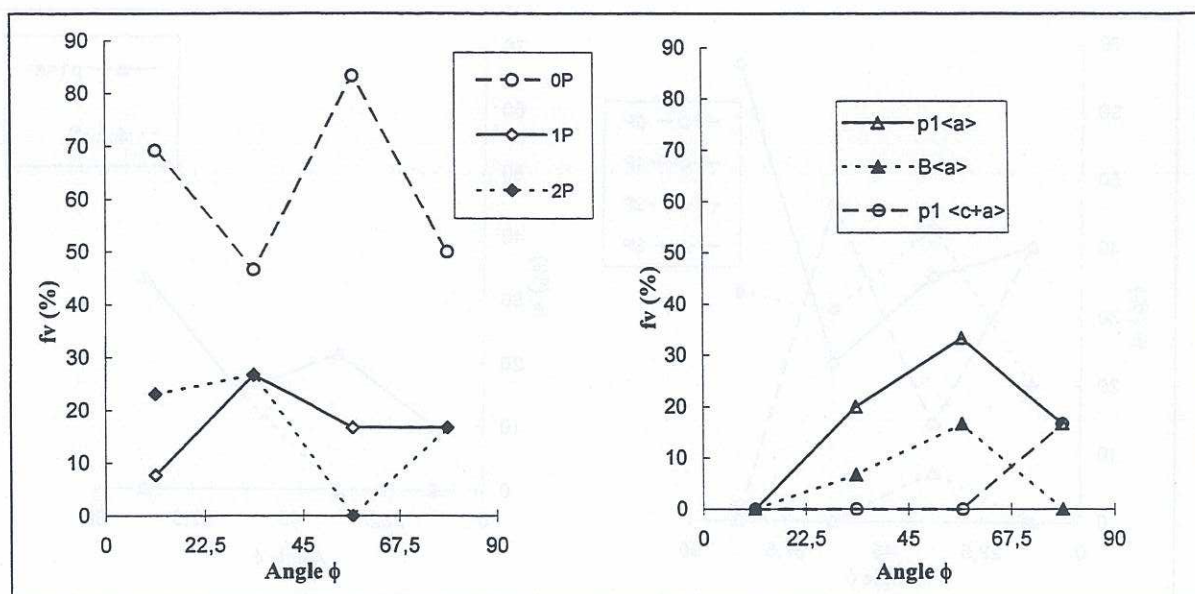
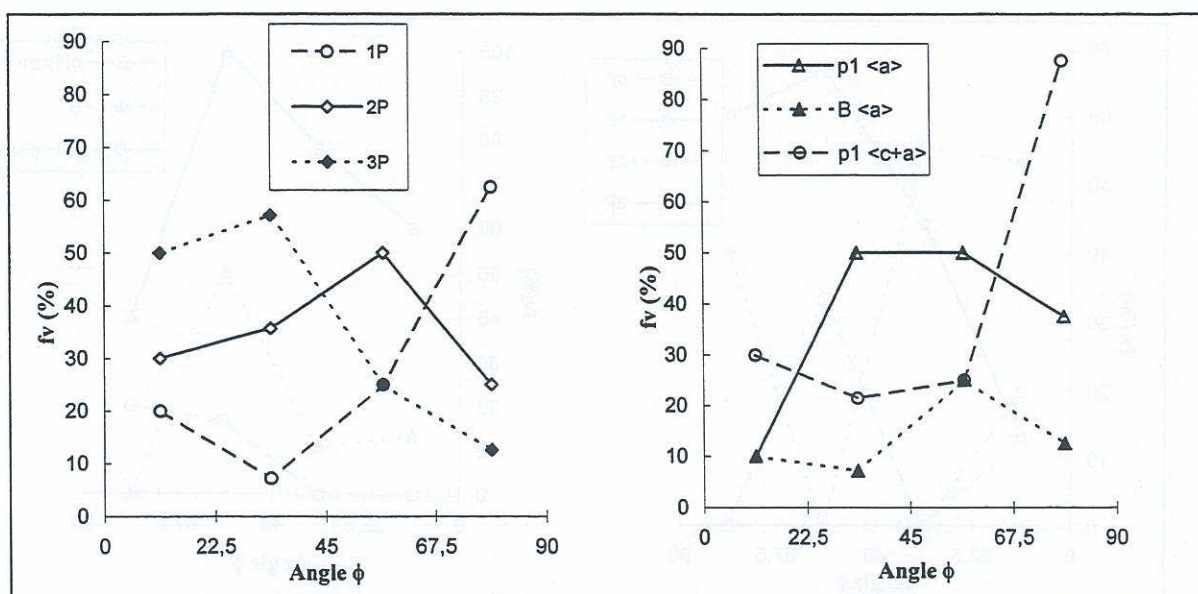
a) essai interrompu à  $\varepsilon_p = 1\%$ b) essai interrompu à  $\varepsilon_p = 4\%$ 

Figure A-III.10 : Influence de l'orientation des grains (angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$ ) sur les modes de déformation activés ; écroutissage dans la direction équibiaxée à 20 °C.



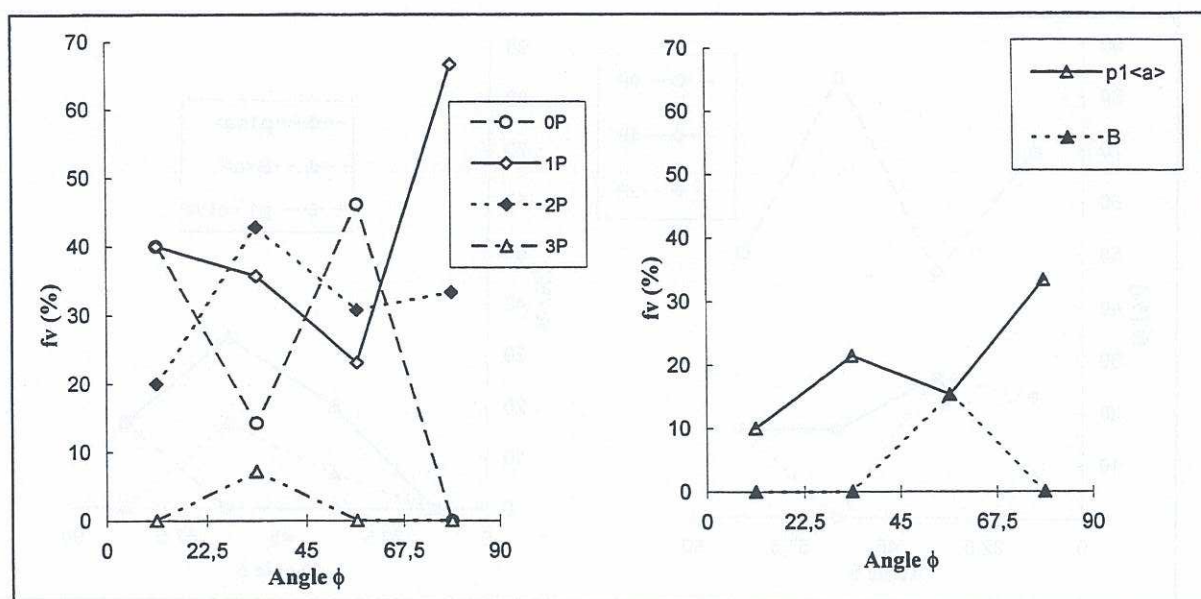
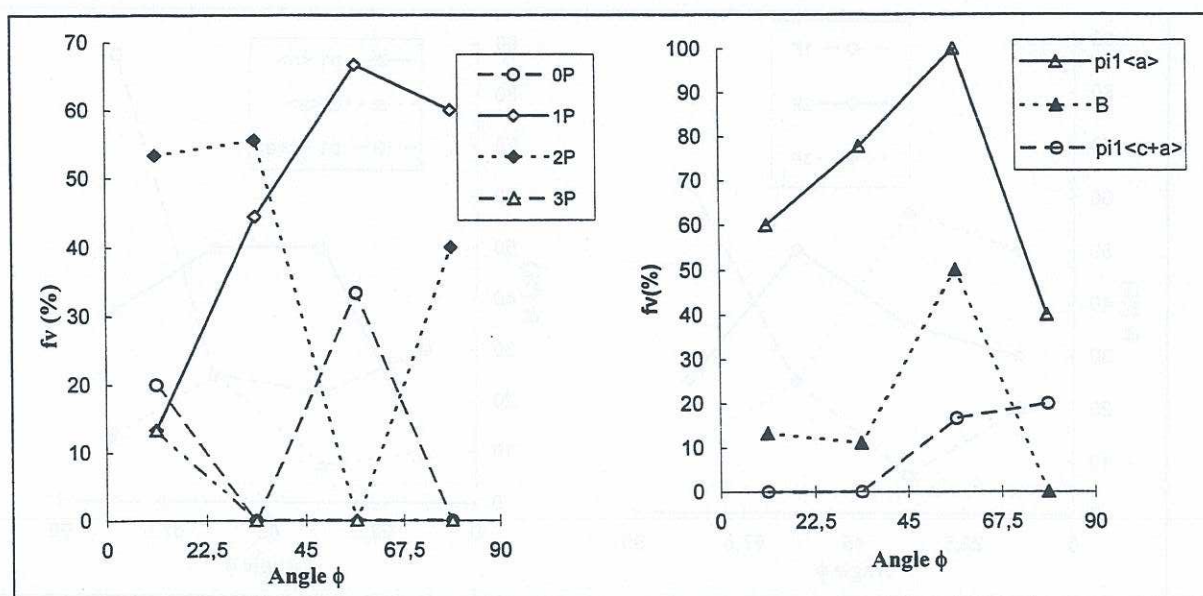
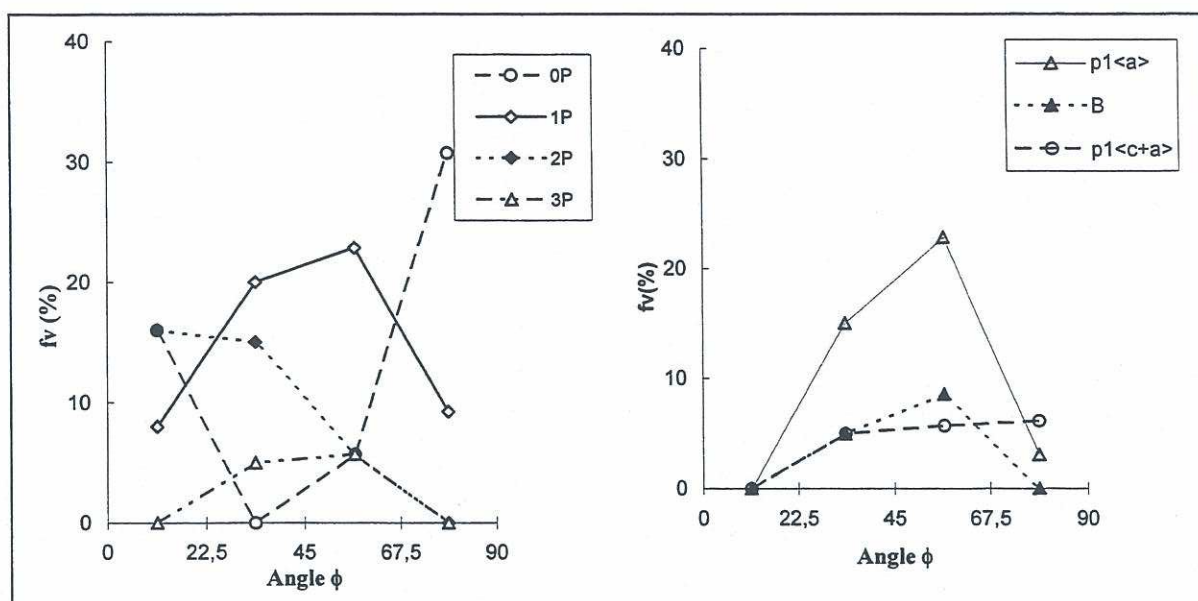
a) essai interrompu à  $\varepsilon_p = 1\%$ b) essai interrompu à  $\varepsilon_p = 4\%$ 

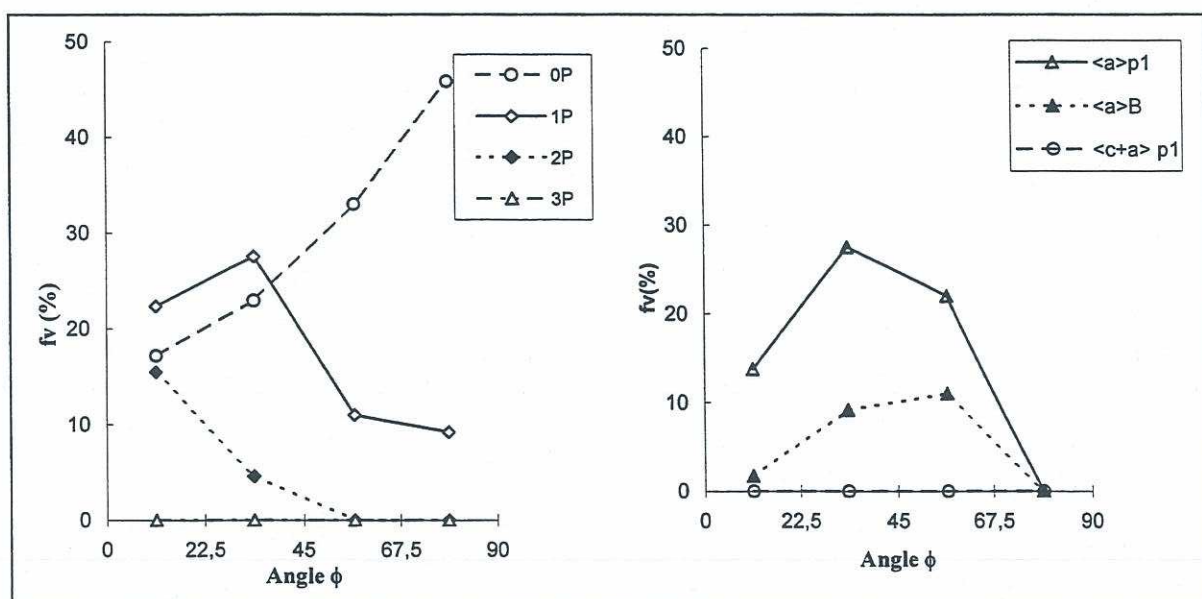
Figure A-III.11 : Influence de l'orientation des grains (angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$ ) sur les modes de déformation activés ; écrouissage dans la direction axiale à 350 °C.





essai interrompu à  $\varepsilon_p=1\%$

Figure A-III.12 : Influence de l'orientation des grains (angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$ ) sur les modes de déformation activés ; écouissage dans la direction circonférentielle à 350 °C.



essai interrompu à  $\varepsilon_p=1\%$

Figure A-III.13 : Influence de l'orientation des grains (angle  $\phi$  entre  $\langle c \rangle$  et  $e_r$ ) sur les modes de déformation activés ; écouissage dans la direction équi biaxée à 350 °C.













## Annexe A - IV

### MODELLING OF THE ANISOTROPIC VISCOPLASTIC BEHAVIOR OF FULLY ANNEALED ZIRCALOY-4 TUBES BY A POLYCRISTALLINE APPROACH

Geyer P. <sup>1</sup>, Feaugas X. <sup>2</sup>, Pilvin P. <sup>3</sup>

<sup>1</sup> Electricité de France, R&D Division, Materials Study Branch, Les Renardières, 77818  
Moret s/ Loing cedex, France

<sup>2</sup> LG2mS, UPRES A CNRS 6066, Université de Technologie de Compiègne,  
B. P. 649, 60206 Compiègne cedex, France

<sup>3</sup> LMSS-Mat, UMR CNRS 8579, Ecole Centrale Paris, 92295 Châtenay Malabry, F

**ABSTRACT :** Zircaloy 4 tubes have a strong anisotropy of mechanical behavior due to their texture and hexagonal crystal structure. At the macroscopic scale, anisotropy have been studied from imposed strain rate tests under loading of tension, internal pressure and torsion. Observations in Transmission Electronic Microscopy (TEM) have been performed to determine the nature of slip systems activated according to the loading direction. The interest of micromechanical approach to describe the anisotropic mechanical behavior is exhibited.

**INTRODUCTION :** Zircaloy 4 tubes are used in nuclear plants as the fuel cladding material. Modelling of the behavior is necessary to guarantee its integrity in all mechanical loadings expected in service. Texture and hexagonal crystal structure of material lead to a strong anisotropy of the elastoviscoplastic behavior. A macroscopic model has been developed and allows a good description of the behavior of this alloy. The main disadvantage of this phenomenological approach is its inductive character, the use of the model being limited to the domain covered by the experimental database. The purpose of this paper is to show the interest of a micromechanical approach which takes into account some micromechanical information concerning the material, especially quantitative TEM observations.

**MATERIAL DESCRIPTION :** The material studied is fully annealed Zircaloy 4 tubes (14.3 mm outside diameter and 1.21 mm wall thickness). The chemical composition of which is report in Table 1. The crystallographic texture pole figure {0002} is shown on Fig. 1 which depicts the basal pole peak intensity at  $\pm 30^\circ$ .

In order to quantify the material viscosity at room temperature, some uniaxial tests in the axial direction have been performed : monotonic tension tests for two very different axial strain rates ( $6.6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  and  $6.6 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ ) and multiple relaxation test. Strain controlled uniaxial cyclic tests for a rate of  $6.6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  have been also performed. To study the macroscopic anisotropy of the tubes, multiaxial tests in tension-internal pressure and in tension-torsion have been performed (Delobelle et al. [1996]). At room temperature, these tests have been made at an imposed total equivalent strain rate ( $\bar{\dot{\epsilon}}^T = (2/3 \dot{\epsilon}_{ij} \dot{\epsilon}_{ij})^{1/2}$ ). For the tension-internal pressure tests, the equivalent strain rate is  $6.6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  and the strain ratio between the diametral and axial velocities are varied with  $C = \dot{\epsilon}_{\theta\theta} / \dot{\epsilon}_{zz} = -2, 1, \infty$ . A similar



procedure is used in tension-torsion case with strain ratio between the shear and axial rates which vary with  $A = \sqrt{3} \dot{\epsilon}_{\theta z} / \dot{\epsilon}_{zz} = 1/4, 1/2, 1$ , and  $\infty$ . To have a first idea on the anisotropic behavior, the yield loci with a plastic offset of  $2 \cdot 10^{-4}$  are plotted below in the  $(\sigma_{\theta\theta}, \sigma_{zz})$  plane for the tension- internal pressure (Fig. 2).

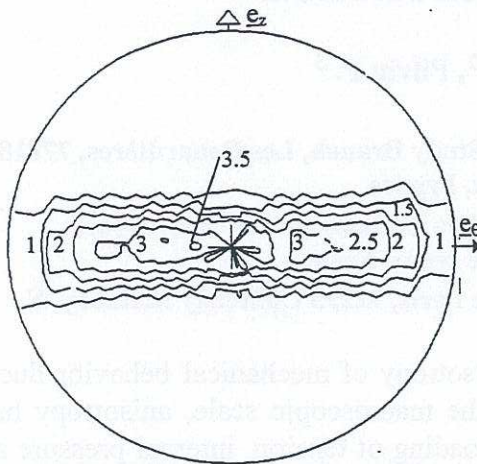


Fig. 1. Crystallographic texture pole figure {0002}

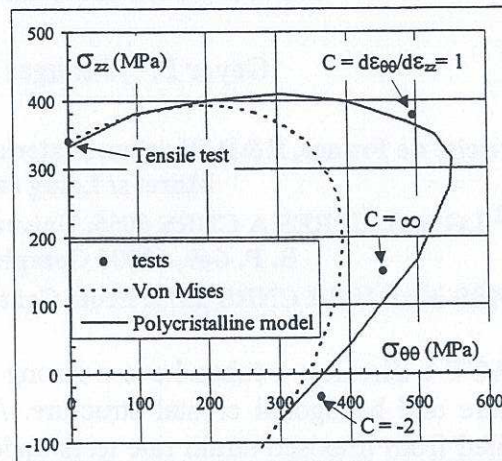


Fig. 2. Loci of the yield stress at  $2 \cdot 10^{-4}$  in the plane  $(\sigma_{\theta\theta}, \sigma_{zz})$

Some specific tests (tensile and tension-internal pressure with  $C = -2$  and  $1$ ) have been performed with the same procedure as described before but stopped after 1 and 4% of equivalent plastic strain ( $\bar{\epsilon}^p = (2/3 \epsilon_{ij}^p \epsilon_{ij}^p)^{1/2}$ ). Then TEM observations have been realized to determine the nature of slip systems activated according to the loading direction and the cumulated plastic strain. For each loading condition, a population of 40 grains have been observed. Results are given in Table 2. Four different slip systems have been observed : Prismatic slip as the principal slip system (this system is activated in more than 40% of the grain since 1% of plastic strain) ; Basal, Pyramidal with  $\langle a \rangle$  or  $\langle c+a \rangle$  type dislocations as secondary slip systems. Observations after 1% of plastic strain give information on *initial* anisotropy and observations after 4%, information of anisotropy *induced by plastic strain*. Some twin systems have also been observed in the test with  $C = -2$ , but in percentage of grain less than 10%.

Element	(wt%)
Sn	1.3
Fe	0.21
Cr	0.1
O	0.135
Zr	Balance

Table 1. Composition

	Plastic strain $\bar{\epsilon}^p$	Percentage of grain with activated slip system (%)			
		Prism	Basal	$\pi 1 \langle a \rangle$	$\pi 1 \langle c+a \rangle$
tensile test	1%	55	0	0	0
	4%	77.5	20	22	18
C = 1 tension +	1%	40	5	15	5
internal pressure	4%	100	12	40	38
C = -2 tension +	1%	55.8	0	0	12
internal pressure	4%	80	8	35	30

Table 2. Percentage of Grain with Activated Slip Systems



**MODELLING :** The heterogeneity of the representative volume element of the material is introduced in the model, together with the representation of the elementary deformation mechanisms. A sound knowledge of the microstructure is then needed, and the main difficulty arising with this type of approach is the choice of the pertinent scale and of the critical mechanisms. In the specific case of polycrystalline metallic materials, a crude description is currently used. It follows that the dislocations cannot be directly represented and, for most of the classical models, only the first heterogeneity level is considered : the grain. If the size and the shape of grains are virtually identical, all grains with the same crystallographic orientation are equivalent. Then it is possible to define a "phase" with its orientation (Euler's angles) and its volume fraction ( $f_g$ ). For a phase, the modelling of the inelastic deformation is generally restricted to the effect of crystallographic slip. The behavior is related to the generalised Schmid law, which assumes that a slip system is active when its shear stress  $\tau_s$  reaches a critical value. TEM observations lead us to neglect in first approximation hardening inside the phase. Also the shear strain rate for the system  $s$  can be express as follow :

$$\dot{\gamma}_s = \left[ \text{Max} \left\{ 0, \frac{|\tau_s| - \tau_s^0}{K} \right\}^n \right] \text{sign}(\tau_s) \quad (1)$$

In the case of small strain and small rotation formalism, the plastic strain  $\epsilon^p$  of a phase is obtained from the knowledge of the shear strain  $\gamma^s$  on each slip system :

$$\epsilon^p = \sum_{s \in S} \mathbf{m}_s \gamma_s \quad \text{with} \quad \mathbf{m}_s = \frac{1}{2} [ \mathbf{n}_s \otimes \mathbf{l}_s + \mathbf{l}_s \otimes \mathbf{n}_s ] \quad (2)$$

In the previous expression,  $\mathbf{m}_s$  characterises the orientation of the slip system defined by the unit vector  $\mathbf{n}_s$ , normal to the slip plane, and the unit vector  $\mathbf{l}_s$ , giving the slip direction. The calculation of the resolved shear stress for the slip system can also be expressed as a function of the local stress in the phase  $\sigma$ , by means of the same tensor:  $\tau_s = \sigma : \mathbf{m}_s$

(3)

The final aspect of the polycrystalline model is the definition of the relations between the variables in each phase of the aggregate ( $\sigma$ ,  $\epsilon$ ,  $\epsilon^p$ ) and the macroscopic variables ( $\Sigma$ ,  $\mathbf{E}$ ,  $\mathbf{E}^p$ ). For simplicity, we assume that elasticity of each phase is isotropic ( $\mu$  : Coulomb's modulus,  $\nu$  : Poisson's ratio). In this case, the macroscopic plastic strain is the average of the local plastic strains and the macroscopic stress can be deduced from Hooke's law :

$$\mathbf{E}^p = \sum_{g \in G} f_g \epsilon^p ; \quad \Sigma = \sum_{g \in G} f_g \sigma = 2\mu \left\{ \mathbf{I} + \frac{\nu}{1-2\nu} \mathbf{1} \otimes \mathbf{1} \right\} (\mathbf{E} - \mathbf{E}^p) \quad (4)$$

The self-consistent approach is an appropriate tool to estimate the stress in each phase (Zaoui [1991]). We used an approximate localisation rule and the self-consistent conditions (SCC) of the model are checked numerically. The localisation rule used in the model is given a priori under an explicit form (5). It involves a new variable for each phase  $\beta^g$  and two tuning parameters ( $\Delta$ ,  $\delta$ ) to satisfy as best as possible the SCC. The evolution law of this variable produces a non linear accommodation of the intergranular incompatibilities (Pilvin [1994]).



$$\sigma = \Sigma + \frac{2}{15} \frac{7-5\nu}{1-\nu} \mu \left\{ \sum_{g \in G} f_g \beta^g - \beta^g \right\} ; \dot{\beta}^g = \dot{\epsilon}^p - \Delta \{ \beta^g - \delta \epsilon^p \} \frac{\dot{\epsilon}^p}{\epsilon}^p \quad (5)$$

The set of parameters described previously has been identified by a quantitative comparison of the experimental observations and the modelling simulations. The four slip systems observed have been considered. In order to study the predictive capabilities of the model, the methodology adopted was to identify the parameters on tension and tension-internal-pressure tests (see Fig. 3) and to simulate tension-torsion tests (see Fig. 4). Results show that the model identified on tension-internal pressure tests can predict anisotropy in other directions. The critical shear stresses obtained seem to have good agreement with values given in literature (Geyer [1998]) :  $\tau_P^0 = 72 \text{ MPa}$  ;  $\tau_{\pi 1 < a >}^0 / \tau_P^0 = 2.2$  ;  $\tau_B^0 / \tau_P^0 = 3.3$  ;  $\tau_{\pi 1 < c + a >}^0 / \tau_P^0 = 4.9$ .

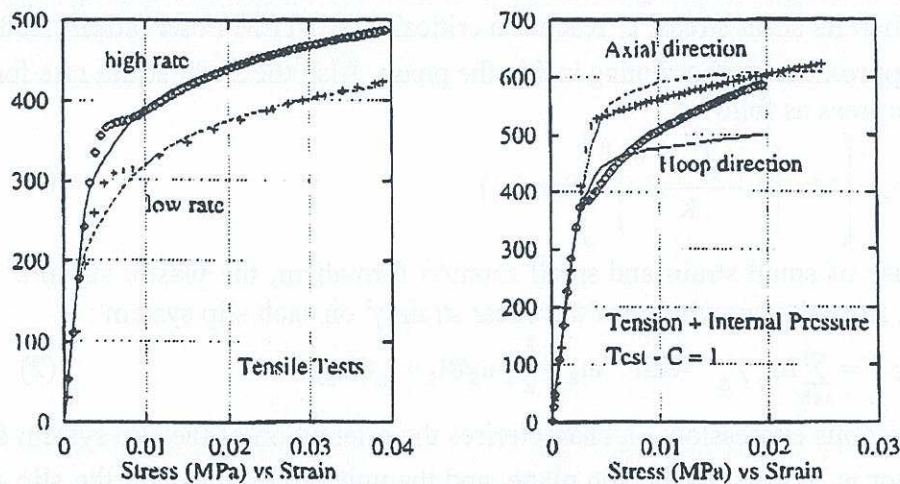


Fig. 3 Tests used in identification process

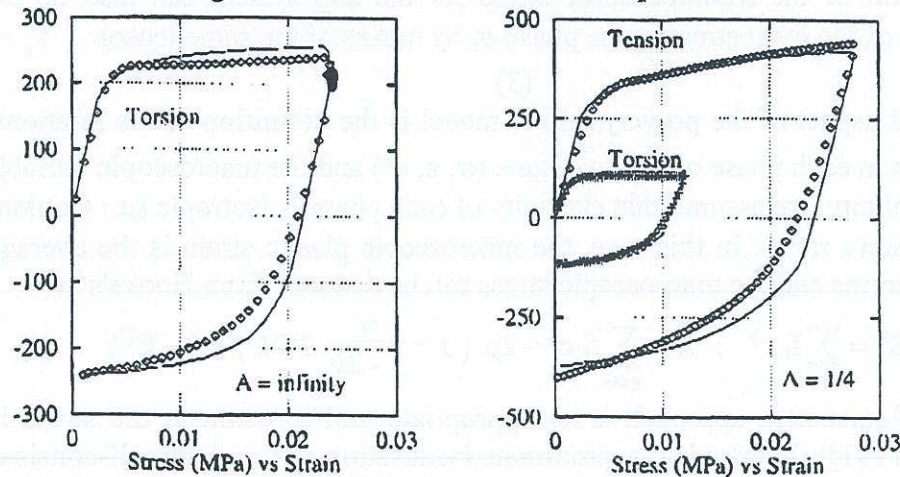


Fig. 4 Comparison between experiments and simulations for tension-torsion tests

#### REFERENCES:

- Delobelle, P. et al. (1996), J. Nucl. Mater. **238**, pp. 135-162.
- Geyer, P., Feaugas X. and Pilvin P., (1998), EDF Internal Report.
- Pilvin P. (1994), Proc. Int. Conf. on Mult. Fat. and Design, 4-19, ESIS 21.
- Zaoui, A., and Raphanel, J. L., Proc. of Mécamat'91, pp. 185-192.













## Modelling of uniaxial and multiaxial ratchetting of stainless steel 316 SPH by a micromechanical approach

Pilvin P.<sup>(1)</sup>, Geyer P.<sup>(2)</sup>

(1) *Centre des Matériaux, ENSMP, France*

(2) *EDF, France*

**ABSTRACT :** With experimental results on SS 316 SPH obtained at room temperature, the advantage of a polycrystalline approach to study the cyclic behavior is shown. First, the constitutive equations of the model developed at the Centre des Matériaux (CdM) are described. Then the model predictive capability is studied through uniaxial and multiaxial tests with emphasis on ratchetting.

### 1. INTRODUCTION

Ratchetting is one of the most complex phenomena for cyclic loadings. It has been studied since more than fifteen years. Several constitutive equations based on a phenomenological approach have been proposed recently to improve the modelling of ratchetting. The weakness of this approach is its inductive feature : if a test exhibits a new material phenomenon, it is necessary to modify the model.

With experimental results on SS 316 SPH obtained at room temperature [1, 2], the advantage of a micromechanical approach to study the cyclic behavior is shown. First, the constitutive equations of the model developed at the Centre des Matériaux [3] are described. Then the model predictive capability is studied. Emphasis is put on material parameters identification with respect of the self-consistent scheme of the homogenization process.

### 2. THE POLYCRYSTALLINE MODEL USED

The polycrystalline model developed at CdM is described in this section. A number of proposals have been advanced in recent years for the modelling of the mechanical behaviour of metallic polycrystals with a micromechanical approach [4, 5]. This approach (one-site self-consistent scheme) provides a frame of reference for the proposed model with special attention to cyclic behaviour.

The heterogeneity of the representative volume element (RVE) of the material is introduced in the model, together with the representation of the elementary deformation mechanisms. A sound knowledge of the microstructure is then needed, and the main difficulty arising with this type of approach is the choice of the pertinent scale and of the critical mechanisms. In the specific case of polycrystalline metallic materials, a crude description is currently used. It follows that the dislocations cannot be directly represented and, for most of the classical



models, only the first heterogeneity level is considered : the grain. If the size and the shape of grains are virtually identical, all grains with the same crystallographic orientation are equivalent. Then it is possible to define a "phase" with its orientation (Euler's angles) and its volume fraction ( $f_g$ ). The size or the relative position of one grain with respect to the other are not taken into account (no size effect, no neighbourhood effect).

For a phase, the modelling of the inelastic deformation is generally restricted to the effect of crystallographic slip. The behaviour is related to the generalised Schmid law, which assumes that a slip system is active when its shear stress reaches a critical value. The description of the hardening is then introduced at this level, provided the value of this critical shear stress on each slip system depends on hardening variables. In the case of small strain and small rotation formalism, the plastic strain  $\mathcal{E}^p$  of a phase is obtained from the knowledge of the average shear strain  $\Gamma_s$  on each slip system :

$$\mathcal{E}^p = \sum_{s \in S} \mathbf{m}_s \Gamma_s \quad \text{with} \quad \mathbf{m}_s = \frac{1}{2} [ \mathbf{n}_s \otimes \mathbf{l}_s + \mathbf{l}_s \otimes \mathbf{n}_s ] \quad (1)$$

In the previous expression,  $\mathbf{m}_s$  characterises the orientation of the slip system defined by the unit vector  $\mathbf{n}_s$ , normal to the slip plane, and the unit vector  $\mathbf{l}_s$ , giving the slip direction. The calculation of the resolved shear stress for the slip system can also be expressed as a function of the average stress in the phase  $\boldsymbol{\sigma}$ , by means of the same tensor :  $T_s = \boldsymbol{\sigma} : \mathbf{m}_s$ . The definition of the mechanical behaviour on the elementary level is completed by the evolution rules for internal variables. The formulation on this level is made in the framework of viscoplasticity. This choice allows one to directly compute the shear strain rate from the actual value of the stress and of the internal variables. Nevertheless, with suitable values of the viscosity coefficients ( $K$  and  $N$ ), the global behaviour becomes time-insensitive. One of the specificity of the model is the introduction of hardening internal variables able to model the cyclic behaviour [6]. Two hardening variables are introduced for each mechanism. The latent hardening, which is correlated with overstrengthening associated with nonproportional loading, is modelled by an isotropic variable  $R_s$  and an interaction matrix  $H_{rs}$ . The kinematic hardening variable  $X_s$  accounts for the local heterogeneities inside the phase.

$$\dot{\Gamma}_s = \left[ \text{Max} \left\{ 0; \frac{F_s}{K} \right\} \right]^N \text{Sign}(T_s - X_s) \quad ; \quad F_s = |T_s - X_s| - \tau_0 - R_s + \frac{1}{2} \frac{D}{C} X_s^2 \quad (2a)$$

$$X_s = C \alpha_s \quad ; \quad R_s = Q \sum_{r \in S} H_{rs} q_r \quad (2b)$$

$$\dot{\alpha}_s = \dot{\Gamma}_s - D \alpha_s |\dot{\Gamma}_s| \quad ; \quad \dot{q}_s = |\dot{\Gamma}_s| (1 - B q_s) \quad (2c)$$

We select only one parameter to define the interaction matrix ( $H_{rs}=1$  if  $r=s$ ,  $H_{rs}=H$  if  $r \neq s$ ). Hence, eight material constants,  $A_g = (K, N, \tau_0, D, C, Q, B, H)$ , are introduced to describe the transgranular viscoplastic behavior.

The final aspect of the polycrystalline model is the definition of the relations between the variables in each phase of the aggregate ( $\boldsymbol{\sigma}, \boldsymbol{\varepsilon}, \mathcal{E}^p$ ) and the macroscopic variables ( $\boldsymbol{\Sigma}, \mathbf{E}, \mathcal{E}^p$ ). For simplicity, we assume that elasticity of each phase is isotropic ( $\mu$  : Coulomb's modulus,  $\nu$  : Poisson's ratio). In this case, the macroscopic plastic strain is the average of the local plastic strains and the macroscopic stress can be deduced from Hooke's law :



$$\mathbf{E}^p = \sum_{g \in G} f_g \mathbf{E}^p ; \quad \Sigma = \sum_{g \in G} f_g \sigma = 2\mu \left\{ \mathbf{I} + \frac{\nu}{1-2\nu} \mathbf{1} \otimes \mathbf{1} \right\} (\mathbf{E} - \mathbf{E}^p) \quad (3)$$

The self-consistent approach is an appropriate tool for estimating the stress in each phase. To represent the interaction between the phase and the homogeneous equivalent medium (HEM), this approach computes the stress and the strain in a phase, the individual behaviour of which is known, as the result of a boundary value problem : an inclusion (the phase) in an infinite homogeneous matrix (the HEM) submitted to uniform boundary conditions. A rigorous treatment of this problem has been made by Hill for time independent plasticity [4], but the numerical treatment of the resulting implicit integral equation is not simple.

For elastoviscoplasticity, we used an approximate localisation rule and the self-consistent conditions (SCC) of the model are checked numerically. The localisation rule used in the model is given *a priori* under an explicit form (4). It involves a specific variable for each phase  $\beta^g$  to produce a non linear accommodation of the intergranular incompatibilities :

$$\sigma = \Sigma + \frac{2}{15} \frac{7-5\nu}{1-\nu} \mu \{ \mathbf{B} - \beta^g \} \quad \text{with} \quad \mathbf{B} = \sum_{g \in G} f_g \beta^g \quad (4)$$

The general form of the evolution law of this variable is given by :

$$\dot{\beta}^g = \dot{\mathbf{E}}^p - \mathbf{G}(\beta^g, \mathbf{E}^p, \mathbf{B}, \mathbf{E}^p) \|\dot{\mathbf{E}}^p\| \quad \text{with} \quad \|\dot{\mathbf{E}}^p\| = \sqrt{\frac{2}{3} \dot{\mathbf{E}}^p : \dot{\mathbf{E}}^p} \quad (5)$$

If the value of the function  $\mathbf{G}$  is zero at origin, this form is compatible with the so-called Kröner's model [7] on the onset of plastic flow and we have to find the expression of the function  $\mathbf{G}$  to satisfy as best as possible the SCC. It is suitable to introduce tuning parameters in this function. These parameters are not material constants but they are related to local behaviour. They have to be determined as explained in section 4. Within the frame of small strain, we used a linear expansion of the function  $\mathbf{G}$  into a series about origin. Then, four parameters,  $\mathbf{A}_\beta$  ( $\Delta, \delta, \Phi, \omega$ ) are introduced and the evolution law of the variable is :

$$\dot{\beta}^g = \dot{\mathbf{E}}^p - \Delta \{ \beta^g - \delta \mathbf{E}^p + \Phi \mathbf{B} + \omega \mathbf{E}^p \} \|\dot{\mathbf{E}}^p\| \quad (6)$$

In previous works [3], the parameters  $\Phi, \omega$  of this equation equal zero. This additional feature is due to the introduction of the SCC in the identification method as explained in the next section.

#### 4. IDENTIFICATION OF MATERIAL CONSTANTS

The set of parameters,  $\mathbf{A} = (\mathbf{A}_g, \mathbf{A}_\beta)$ , of the constitutive equations given previously are identified by a quantitative comparison of the experimental observations  $\mathbf{Z}^{\text{exp}}$  and the modelled simulations of these experiments  $\mathbf{Z}^{\text{sim}}$ . This identification task is classically formulated with an optimization problem based on the cost function  $\mathcal{L}(\mathbf{A})$  defined in (7) where the symbol  $|\cdot|$  represents a norm on the space of the observable variables (strain, displacement, load, temperature, ...) and  $I_j$  the observation interval in the  $j^{\text{th}}$  test of the experimental data base  $\mathcal{D}$  [8].

$$\mathcal{L}(\mathbf{A}) = \sum_{j \in \mathcal{D}} \int_{t \in I_j} |\mathbf{Z}^{\text{exp}}(t) - \mathbf{Z}^{\text{sim}}(\mathbf{A}, t)| dt \quad (7)$$



For the proposed model, the parameters  $A_\beta$  have to be determined with the SCC of the homogenization process. The identification method has therefore been modified to allow for these conditions. A penalty term is introduced in the cost function in order to constrain the optimization process. The self-consistency of the model is estimated by the comparison of the results of boundary value problems (each cell embedded in a "infinite" HEM) and the results of the model predictions with the same loading paths (homogeneous strain prescribed at the boundary). A finite element (FE) code is used to solve each boundary value problem, after which it is easy to calculate the average stress (resp. strain) in each phase denoted  $\sigma^{\text{Ref}}$  (resp.  $\varepsilon^{\text{Ref}}$ ). With these results, the SCC are expressed by, for all loading paths :

$$\forall g \in G ; \quad \forall t ; \quad \sigma^{\text{Ref}} - \sigma^\beta = 0 \quad \text{and} \quad \varepsilon^{\text{Ref}} - \varepsilon^\beta = 0 \quad (8)$$

where the stress (resp. strain) in each phase predicted by the model are denoted  $\sigma^\beta$  (resp.  $\varepsilon^\beta$ ). Then, the optimization problem used a penalty cost function defined by

$$f_p(A) = f(A) + \sum_{g \in G} \int \{ |\sigma^{\text{Ref}} - \sigma^\beta| + |\varepsilon^{\text{Ref}} - \varepsilon^\beta| \} dt \quad (9)$$

This approach have been used previously for two-phase single crystals [9] and two-phase polycrystals [10]. One drawback of this approach is due to the large amount of CPU time but it is necessary when the viscous effects are significant [11]. If the macroscopic behaviour is roughly isotropic and have weak rate dependant effects, it is possible to reduce this difficulty. In this case we used the so-called Berveiller-Zaoui's model [12] as a reference solution for radial monotonic loading paths to estimate the SCC without FE analysis. Then, at each iteration of the minimisation algorithm, we compute  $\sigma^{\text{Ref}}$  and  $\varepsilon^{\text{Ref}}$  with the localisation rule given by

$$\sigma = \Sigma + \frac{2}{15} \frac{7-5\nu}{1-\nu} \alpha(\Sigma, E^p) \mu \{ E^p - \varepsilon^p \} \quad \text{with} \quad \alpha^{-1} = 1 + \frac{3}{2} \mu \frac{\|E^p\|}{J_2(\Sigma)} \quad (10)$$

FE analysis can also be used to check *a posteriori* the validity of the scale transition rule when the local behaviour is known. We illustrate this with a dummy FCC polycrystal (see Table 1 for material parameters with  $\mu=68.7$  GPa,  $\nu=0.31$  and  $N=25$ ). For FCC polycrystals, the predominant deformation mechanism is the crystallographic slip on the twelve octahedral systems  $\{111\} \langle 110 \rangle$ . The computations with the polycrystalline model are performed by using the orientation distribution function, taken under a discrete form. If the crystallographic texture is not very sharp, an isotropic distribution is chosen. It is made of 40 orientations ( $\forall g \in G; f_g=1/40$ ). To estimate the parameters  $A_\beta$  (see Table 1), we compute the cost function with two numerical tests : a pure tensile test ( $E_{33}(t) = \dot{\varepsilon} t$  with  $E_{33}^{\text{max}} = 2\%$  and  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) and a pure shear test ( $2E_{23}(t) = \dot{\varepsilon} t$  with  $E_{23}^{\text{max}} = 1\%$ ). To check *a posteriori* the validity of these scale transition rules, we performed FE analysis under axisymmetric conditions with two specific orientations for the inclusion (soft phase :  $\langle 001 \rangle // e_z$  and hard phase :  $\langle 111 \rangle // e_z$ ). In each case, the matrix behaviour is defined by the the polycrystalline model and homogeneous strain is prescribed on the boundary :  $E(t) = E_{zz}(t) \{ e_z \otimes e_z - 1/2 (e_r \otimes e_r + e_\theta \otimes e_\theta) \}$ . Fig. 1 illustrates, for axial components of average strain and stress in the inclusion, the comparison between FE analysis and direct application of both scale transition rules on the RVE with the same loading path ( $E_{zz}(t) = \dot{\varepsilon} t$  with  $E_{zz}^{\text{max}} = 1\%$  and  $\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ). We may get a rough idea of the approximation of the self-consistent scheme for monotonic loading paths. Computations for cyclic and non proportional loading paths are in progress. As illustrated by isovalues of axial plastic strain (when  $E_{zz} = 1\%$ ) in Fig. 2, we can see that mechanical fields are heterogenous near inclusion. These results differ from the Berveiller-Zaoui's approach in that they assume an uniform isotropic behaviour for the matrix [12]. His findings further suggest that an approximative matrix behaviour is adequate to solve the scale transition problem.



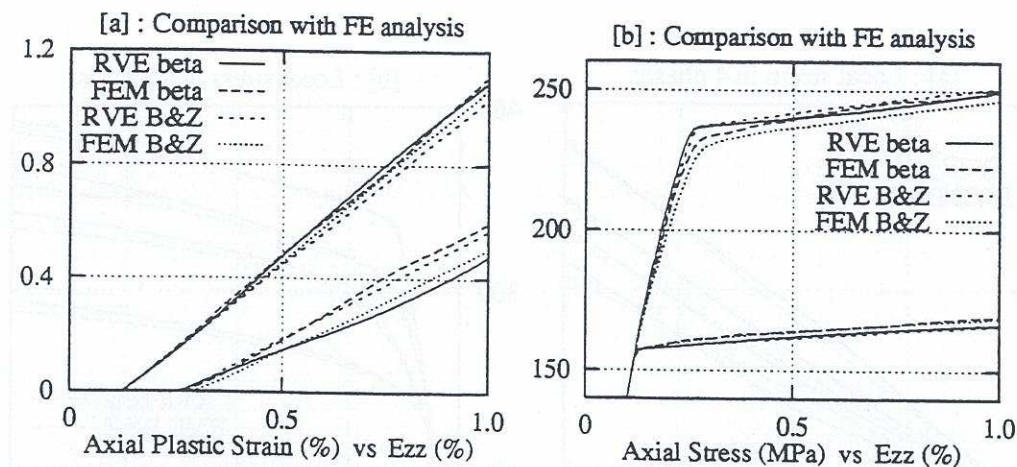


Figure 1: Validation of scale transition rules with FE analysis

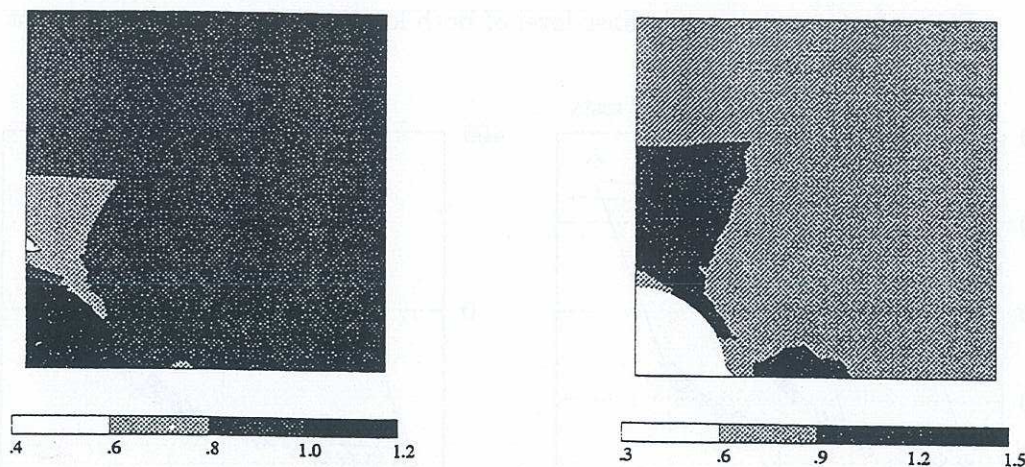


Figure 2: Isovalues of  $\epsilon_{zz}^p$  (%) with B.&Z. localisation rule. Inclusion = soft phase (left), inclusion = hard phase (right)

#### 4. APPLICATION TO THE 316 STAINLESS STEEL

Identification of material constants for a 316 stainless steel at 20 °C. The steel specimens are obtained from slabs taken from 30 mm thick sheets and hyperquenched from 1200°C. The microstructure is completely austenitic and the average size of the grains is 45  $\mu\text{m}$ . The identification has been performed with an automatic procedure using the software SiDoLo [8]. For the identification uniaxial tension-compression tests under strain or stress control [1], biaxial constant pressure cyclic tension tests, biaxial constant tension cyclic torsion tests and triaxial constant pressure cyclic tension-torsion tests [2] have been used. In both cases different strain or stress amplitudes of loading have been used. Numerical values for the material parameters are presented in Table 1 with  $\mu=68.7$  GPa,  $\nu=0.31$  for elasticity constants. Because no specific tests for rate dependent effects are available, the viscous exponent is fixed to a classical value ( $N=25$ ). Numerical results used to estimate the parameters  $A_\beta$  with the SCC are given in Fig. 3 for the tensile test (4 phases with different orientations are plotted). Comparison between experiments and model for monotonic tensile test ( $\dot{\epsilon} = 1. \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) and for low cycle fatigue tests with two amplitudes is given in Fig. 4a. Fig. 4b illustrates the same comparison for the cyclic hardening during a fatigue test ( $\Delta\epsilon = \pm 0.6 \%$ ).



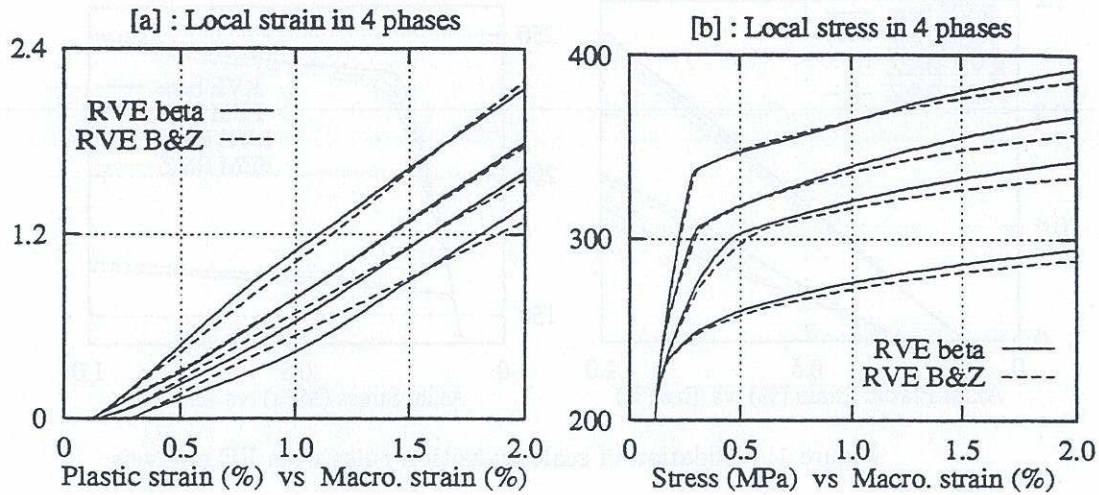


Figure 3: Comparison at phase level of both localisation rules for tensile test

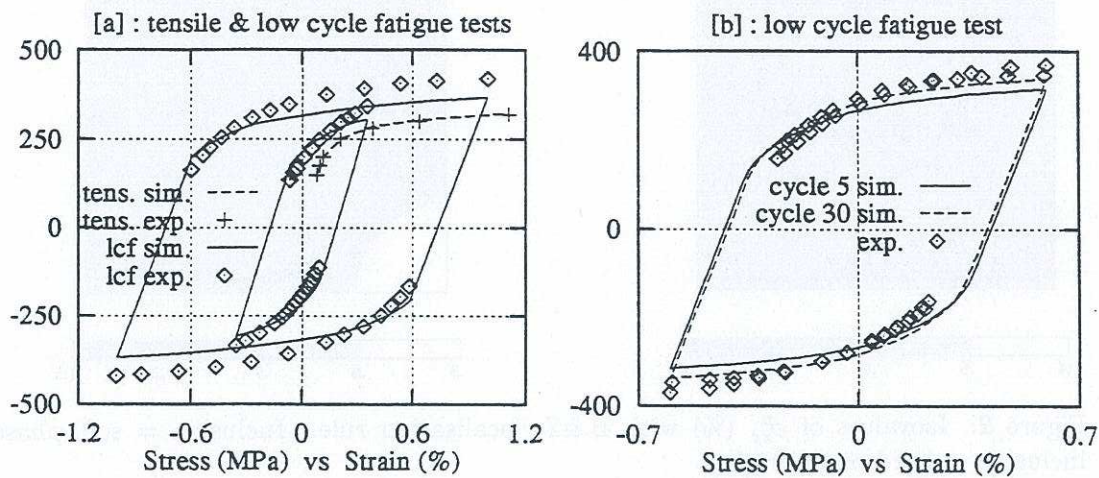


Figure 4: Classic tests : comparison between experiments and simulations

The uniaxial ratchetting behavior under stress control tests ( $\sigma_{\min} = \underline{\sigma} - \Delta\sigma/2$ ,  $\sigma_{\max} = \underline{\sigma} + \Delta\sigma/2$ ) of the model is given in Fig. 5 {r1\_1 ( $\Delta\sigma/2=50$  MPa) :  $\underline{\sigma}=200$  and 250 MPa; r1\_3 ( $\Delta\sigma/2=245$  MPa) :  $\underline{\sigma}=0$  and 100 MPa; r1\_4 ( $\Delta\sigma/2=180$  MPa) :  $\underline{\sigma}=100$  and 200 MPa; Test r1\_5 ( $\Delta\sigma/2=120$  MPa) :  $\underline{\sigma}=100$  and 200 MPa}. Fig. 6a shows a comparison between model and biaxial ratchetting experiments {r2\_1 ( $\sigma_{zz}=50$  MPa) :  $\Delta\epsilon_{\theta z}=\pm 0.4$  and  $\pm 0.52$  %; r2\_2 ( $\sigma_{\theta\theta}=50$  MPa) :  $\Delta\epsilon_{zz}=\pm 0.4$  and  $\pm 0.6$  %} and the ratchetting behavior under triaxial constant pressure cyclic tension-torsion tests is given Fig. 6b (see Delobelle, 1995 for the loading paths). More details are given in the Fig. 7 for the first cycles of the biaxial ratchetting experiment labelled r2\_1.

Material	$\Delta$	$\delta$	$\Phi$	$\omega$	$\tau_0$	Q	B	C	D	K	H
dummy	505	0.189	0.112	0.125	70	0	/	2000	50	40	/
A 316L	480	0.183	0.122	0.112	74.4	3.73	3.76	2010	47.8	37.9	2.09

Table 1 : Coefficients of the polycrystalline model used for the simulations (units : MPa, s)



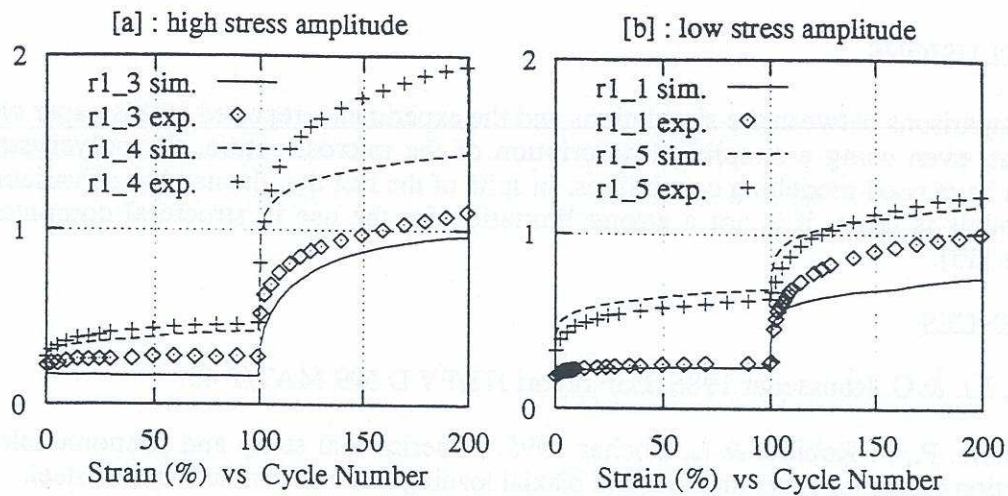


Figure 5: 1D ratchetting tests : Comparison between experiments and simulations

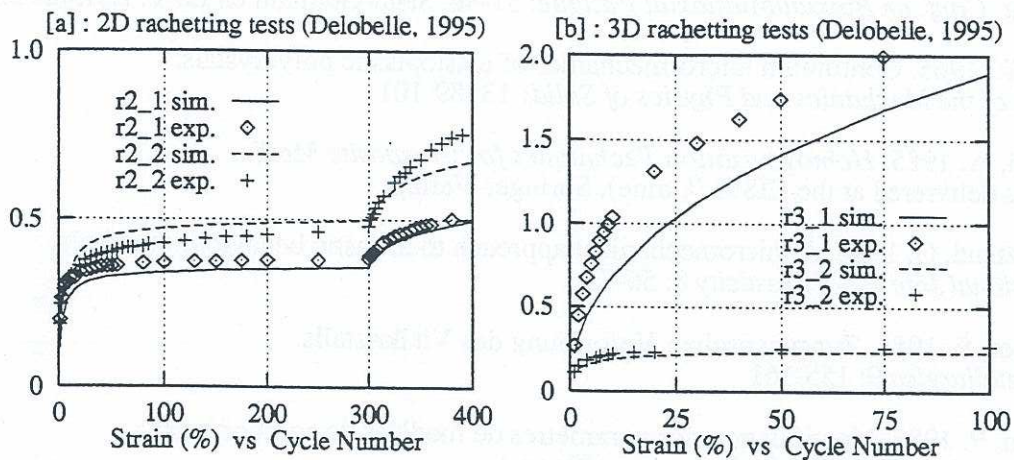


Figure 6: 2D & 3D ratchetting tests : Comparison between experiments and simulations

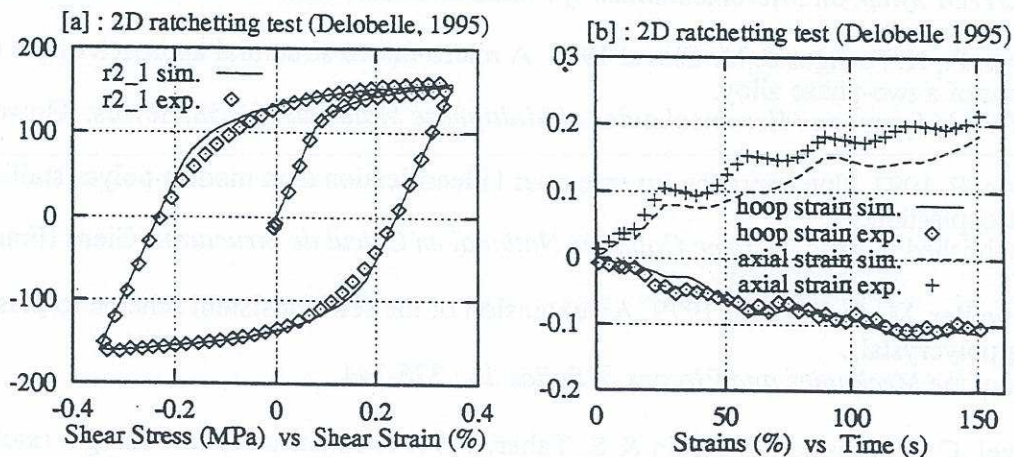


Figure 7: Comparison between experiment and simulation at the first cycles



## 5. CONCLUSIONS

The comparisons between the simulations and the experiments reported in this paper clearly show that, even using a simplified description of the microstructure, the polycrystalline approach have good modelling capabilities. In spite of the fact that the number of variables in these models is large, it is not a strong limitation for the use in structural computations problems [13].

## REFERENCES

1. Engel, J.J. & G. Rousselier 1985. EdF report HT/PV D 599 MAT/T 43.
2. Delobelle, P., P. Robinet & L. Bocher 1995. Experimental study and phenomenological modelization of ratchet under uniaxial and biaxial loading on an austenitic stainless steel. *International Journal of Plasticity* 11:295-330
3. Pilvin, P. 1994. The contribution of micromechanical approaches to the modelling of the inelastic behaviour of polycrystals. *Proc. Int. Conf. on Biaxial/Multiaxial Fatigue*: 31-46. Saint-Germain en Laye: ESIS/SF2M.
4. Hill, R. 1965. Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 13: 89-101
5. Zaoui, A. 1985. *Homogenization Techniques for Composite Media*. Lectures delivered at the CISM (Udine), Springer-Verlag
6. Cailletaud, G. 1992. A micromechanical approach to inelastic behaviour of metals. *International Journal of Plasticity* 8: 55-73
7. Kröner, E. 1961. Zur plastischen Viformung des Vielkristalls. *Acta Metallurgica* 9: 155-161
8. Pilvin, P. 1988. Identification des paramètres de modèles de comportement. *Proc. MécaMar'88*: 155-164. Besançon (France).
9. Forest, S. & P. Pilvin 1995. Modelling the cyclic behaviour of two-phase single crystal Nickel-base superalloys. *Proc. IUTAM Symp. on Micromechanics of Multiphase Materials*: 51-58. Sèvres: Kluwer
10. Pilvin, P., X. Feaugas & M. Clavel 1995. A micro-macro structural approach of the cyclic behaviour of a two-phase alloy. *Proc. IUTAM Symp. on Micromechanics of Multiphase Materials*: 51-58. Sèvres: Kluwer
11. Pilvin, P. 1997. Une approche inverse pour l'identification d'un modèle polycristallin élastoviscoplastique. To be published in *Proc. of 3ème Colloque National en Calcul de Structures*. Giens (France)
12. Berveiller, M. & A. Zaoui 1979. An extension of the self-consistent scheme to plastically flowing polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 26 : 325-344.
13. Vogel, C., E. Lorentz, P. Pilvin & S. Taheri 1997. A constitutive law using a ratchetting stress for description of progressive deformation and comparison with polycrystalline model. *This volume*











# Bibliographie

- ADAMS B. L. AND MURTY K. L., « Biaxial creep of textured I : Crystal mean plastic modelling », *Mat. Sci. and Eng.*, 70, pp. 181-190, (1985).
- AKTAR A. AND TEGHTSOONIAN, « Plastic deformation of zirconium single crystals », *Acta Met.*, Vol. 19, pp. 655-663, (1971).
- AKTAR A., « Compression of zirconium single crystals parallel to the c-axis », *J. of Nuclear Mat.*, Vol. 47, pp. 79-86, (1973).
- AKTAR A., « Compression of zirconium single crystals parallel to the c-axis », *Met. Trans. A*, Vol. 6A, p. 1105, (1975).
- ALDINGER F. AND JÖNSSON, « Beryllium 1977 », *Metals Society, Londres*, p. 4, (1977).
- ALLAIS V., VAUBERT V. ET TOURNIE I., « Anisotropie de comportement d'une tôle de zirconium  $\alpha$  », *Le zirconium - Journées d'études propriétés-microstructures*, eds. Cailletaud G. et Lemoine P., pp. 257-266. Les Editions de Physique (1996).
- BACON D.J. AND LIANG M.H., « Computer simulation of dislocation cores in H.C.P. metals », Part. I, II, III, *Phil. Mag. A*, Vol. 53, n°2, pp. 181-204, (1986).
- BACROIX B., *Contrat EDF/CNRS* (1997).
- BALLINGER R.G. AND PELLOUX R.M., « The effect of anisotropy on the mechanical behaviour of zircaloy-2 », *J. of Nuclear Mat.*, Vol. 97, pp. 231-253, (1981).
- BARON D., RUCK J. M., COUTY J. C., DE BONNIERES P., « CYRANO3 : un logiciel de nouvelle génération pour simuler le comportement des crayons combustibles en réacteur », *Revue épure de la Direction des Etudes et Recherches d'E.D.F.*, n°55, pp. 29-40, (1997).
- BASINSKI S. J., BASINSKI Z. S., « Dislocations in solids », Vol. 4, *Eds North Holland*, p. 657, (1979).
- BECHADE J. L., « Texture et écrouissage de tôles en Zircaloy-4 : -Evolutions en fonction des paramètres de laminage à froid -Influence sur le comportement élastique, la dilatation thermique et l'anisotropie plastique », *Thèse de doctorat de l'Ecole Centrale de Nantes*, (1993).
- BECHADE J. L. *et al.*, *Communication privée, résultats expérimentaux obtenus de 1988 à 1995 dans le cadre d'actions de recherches coopératives entre le CEA, Framatome et EDF*, (1997).
- BECHADE J. L., *Communication privée, Textures avant et après déformation*, (1999).
- BIGET M.P. AND SAADA G., *Phil. Mag. A*, Vol. 59, n°4, (1989).
- BERVEILLER M., ZAOUI A., « An extension of the self-consistent scheme to plastically flowing polycrystal », *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 26, pp. 325-344, (1979).



- BOUBIDI P., PILVIN P., «Développement d'un module SiDoLo », Contrat EDF/Armines n°T20/7<sup>E</sup>5785, (1997).
- BOUFFIOUX P., Note interne EDF, HT-A4/95/007/A (1994).
- BOURGEOIS M., « Etude du comportement viscoplastique à 773 K d'alliages de titane biphasés Ti-6246 », Thèse de doctorat de l'UTC, (1997).
- CAGNON M., « Thermodynamique de la déformation et essais mécaniques - Théorie de l'activation thermique », Ecole d'été d'Yrivals, Dislocations et déformation plastique, Ed. Groh P., Kubin L. P., Martin J. L., Les Editions de Physique., pp. 53-66, (1979).
- CAILLETAUD G., « Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des métaux », Thèse de doctorat d'Etat, Université Paris 6, (1987).
- CAILLETAUD G., « A micromechanical approach to inelastic behaviour of metals », Int. J. of Plasticity 8, pp. 55-73, (1992).
- CASS T.R., « The science technology and application of titanium », Ed. Jaffee R.I. and Promisel N., Pergamon Press., p. 459, (1970).
- CHEMELLE P., KNORR D.B., VAN DER SANDE J.B. AND PELLOUX R.M., « Morphology and composition of second phase particles in Zircaloy-2 », J. of Nuclear Mat., Vol. 113, pp. 58-64, (1983).
- CHRISTODOULOU N., « Evolution of the baushinger effect in tension and compression in Zircaloy-2 », Acta Met., Vol. 37, pp. 529-539, (1989).
- COURET A. AND CAILLARD D., « An in situ study of prismatic glide in magnesium - I. The rate controlling mechanism », Acta Met., Vol. 33, pp. 1447-1454, (1985a).
- COURET A. AND CAILLARD D., « An in situ study of prismatic glide in magnesium - II. Microscopic activation parameters », Acta Met., Vol. 33, pp. 1455-1462, (1985b).
- CHURCHMAN A.T., Proc. Roy. Soc., Vol. A226, p. 226, (1954).
- CLAVEL M. AND FEAUGAS X., « Micromechanisms of plasticity under multiaxial cyclic loading », Multiaxial Fatigue and Design », ESIS 21, Mech. Eng. Publications, London, pp. 21-41, (1996).
- CONRAD H., « Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium », Progress in Material Science, Vol. 26, pp. 123-403, (1981).
- COTTRELL A. H., « Dislocations and plastic flow in crystals », Oxford University press, London., pp. 111-116 (1953).
- DE CRECY A., BOURRET A., NAKA S. AND LASALMONIE A., « High resolution determination of the core structure of  $1/3\langle 11-20 \rangle\{1-100\}$  edge dislocation in titanium », Phil. Mag. A, Vol. 47, n\_7, pp. 245-254, (1983).
- DELOBELLE P., ROBINET P., GEYER P. ET BOUFFIOUX P., « Etude du comportement viscoplastique anisotrope du Zircaloy-4 dans deux états métallurgiques, recristallisé et détendu », Le zirconium - Journées d'études propriétés-microstructures, eds. Cailletaud G. et Lemoine P., pp. 111-121. Les Editions de Physique (1996).
- DEREP J.L., IBRAHIM S., ROUBY R., AND FANTOZZI G., « Deformation behaviour of Zircaloy-4 between 77 and 900K », Acta Met., Vol. 28, (1980).



- DICKSON J. I., BOUTIN J. AND HANDFIELD L., « A comparison of two simple methods for measuring cyclic internal and effective stresses », *Mat. Sci. and Eng.*, vol.64, pp. L7-L11, (1984).
- DRESSLER G., DREFAHL K., MATUCHA K.H. AND WINCIERZ P., « Determination of complete plane-stress yield loci of Zircaloy tubing », *Zirconium in Nuclear Applications*, ASTM STP 551, pp. 92-103 (1974).
- DRESSLER G. AND MATUCHA K.H., « Yield and fracture of biaxially stressed Zircaloy-4 cladding tubes at room temperature and at 400°C », *Zirconium in the Nuclear Industry*, ASTM STP 633, pp.508-522 (1977).
- ESSMANN U., MUGHRABI H., « Annihilation of dislocations during tensile and cyclic deformation and limits of dislocation densities », *Phil. Mag.*, Vol. 40, n° 6, pp. 731-756, (1979).
- FARENC S., Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier, Toulouse, (1992).
- FARENC S., CAILLARD D. AND COURET A., *Acta Metall. Mater.*, Vol. 41, n°9, (1993).
- FARENC S., CAILLARD D. AND COURET A., *Acta Metall. Mater.*, Vol. 43, n°10, (1995).
- FEAUGAS X., « Microstructure et modélisation du comportement en fatigue uniaxiale et multiaxiale d'un alliage de titane biphase », Thèse de doctorat de l'UTC, (1994).
- FEAUGAS X. AND CLAVEL M., « Cyclic deformation behaviour of an  $\alpha/\beta$  titanium alloy. I- Micromechanisms of plasticity under various loading paths », *Acta Met.*, Vol. 45, n°7, pp. 2685-2701, (1996).
- FEAUGAS X., exposé lors d'un séminaire du Laboratoire MssMat de l'Ecole Centrale Paris (1998).
- FEAUGAS X., « On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300K : back stress and effective stress », *Acta Met.*, à paraître, (1999a).
- FEAUGAS X., « Contribution à la compréhension des mécanismes de déformation plastique et d'endommagement des matériaux : un point de vue expérimental », Mémoire d'habilitation à diriger des recherches, UTC, (1999b).
- FRANCIOSI P., « Etude théorique et expérimentale du comportement élastoplastique des monocristaux métalliques se déformant par glissement : modélisation pour un chargement complexe quasi statique », Thèse, Université Paris-Nord, (1984).
- FRANCIOSI P., *Acta Met.*, Vol. 33, n°9, p. 1601, (1985).
- FRIEDEL J., *Dislocations*, Pergamon Press, (1964).
- FUNDERBERGER J.J., PHILIPPE M.J. AND ESLING C., « Mechanical twinning at high temperatures in some hexagonal alloys », *Scripta Met.*, Vol. 24, pp. 1215-1220, (1990).
- GARDE A.M., AIGELTINGER E. AND REED-HILL R.E., « Relationship between deformation twinning and the stress-strain behaviour of polycrystalline titanium and zirconium at 77K », *Met. Trans. A*, Vol.4, pp.2261-2468, (1973).
- GEYER P., « Calcul des éprouvettes tubulaires en Zircaloy-4 sous pression interne en écrouissage et en fluage », Note interne EDF, HT-B2/95/047/A (1997).
- GEYER P., FEAUGAS X. ET PILVIN P., « Approche polycristalline du comportement élastoviscoplastique anisotrope de tubes en Zircaloy-4 », Note interne EDF, HT-42/98/029/A (1999).
- HETTINGER J., « Etude et modélisation de tubes en Zircaloy-4 », Rapport de DEA S3M Paris VI (1996).
- HUNT C. E. L., *Proc. 3rd Int. Conf. on Struc. Mech. in Reactor Tech.*, London, Vol. 1, C2/9, (1975).
- JIANG Z., LIAN J., AND BAUDELET B., « A dislocation density approximation for the flow stress-grain size relation of polycrystals », *Acta Met.*, Vol. 43, n°9, pp. 3349-3360, (1995).



- JONES I.P. AND HUTCHINSON, « Stress-state dependence of slip in titanium-6Al-4V and other h.c.p. metals », *Acta Met.*, Vol. 29, pp. 951-968, (1981).
- LAVRENTEV F. F., « The type of dislocation interaction as the factor determining work hardening », *Mat. Sci. and Eng.*, Vol. 46, pp. 191-208, (1980).
- LECOMTE J.S., PHILIPPE M.J., AND KLIMANEK P., *Mat. Sci. and Eng. A*, Vol. A234, pp. 869-872, (1997).
- LEGRAND B., « Relations entre la structure électronique et la facilité de glissement dans les métaux hexagonaux compacts », *Phil. Mag. A*, Vol. 52, N°1, pp. 83-97, (1985).
- LEMAIGNAN C. AND MOTA A.T., « Zirconium alloys in nuclear applications », *Mat. Sci. and Tech. : Nuclear Materials*, Ed. VCH, Vol. 10b, pp. 1-51, (1994).
- LEVINE E.D., « Deformation mechanisms in titanium at low temperatures », *Trans. of the Met. Soc. of AIME*, vol. 236, p.1558, (1966).
- LOWDEN M.A.W. AND HUTCHINSON W.H., « Texture strengthening and strength differential in titanium-6Al-4V », *Met. Trans. A*, Vol. 6A, pp. 441-448, (1975).
- LUKAC P. AND TROJANOVA Z., *Proc. 8th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys*, Vol. 2, p. 935, (1988).
- LUKAC P., TROJANOVA Z. AND HAMERSKY M., *Proc. 10th Int. Symp. on Metallurgy and Materials Science*, pp. 453-458, (1989).
- MASSON R. « Estimations non linéaires du comportement global de matériaux hétérogènes en formulation affine - Application aux alliages de zirconium », Thèse de doctorat de l'Ecole Polytechnique, (1998).
- MERLE P., « Evidence of pyramidal slip mode in cold-rolled zircaloy-4 sheets », *J. of Nuclear Mat.*, Vol. 144, pp. 275-277, (1987).
- MILLS D AND CRAIG G.B., « The plastic deformation of zirconium-oxygen alloy single crystals in the range 77° to 950°K », *Trans. of Metall. society of AIME*, Vol. 242, pp. 1881-1890, (1968).
- MINONISHI Y. AND MOROZUMI S., « {1122}<1123> slip in titanium », *Scripta Met.*, Vol. 16, pp. 427-430, (1982).
- MORRIS J.R., SCHARFF J., HO K.M., TURNER D.E., Ye Y.Y. AND Yoo M.H., « Prediction of {11-22} hcp stacking fault using a modified generalized stacking-fault calculation », *Phil. Mag. A*, Vol. 76, n°5, pp. 1065-1077, (1997).
- MUGHRABI H., « Description of the dislocation structure after unidirectional deformation at low temperatures », in *constitutive equations in plasticity*, Edited by A. S. Argon, MIT presse, Cambridge, p. 199, (1975).
- MUGHRABI H., « Dislocation wall and cell structures and long range internal stresses in deforming metal crystals », *Acta Metal. Mater.* Vol. 31, p. 1361, (1983).
- MULLER D., LEMOINE X. AND BERVEILLER M., « Intragranular heterogenization in polycrystalline metals », *MECAMAT 93*, Int. Seminar on micromechanics of materials, Moret-sur-Loing, France (1993).
- MURTY K. L. AND ADAMS B. L., « Biaxial creep of textured I : Experimental and phenomenological descriptions », *Mat. Sci. and Eng.*, Vol. 70, pp. 169-180, (1985).
- MURTY K. L., AND MAHMOOD S. T., « Effects of recrystallisation and neutron irradiation on creep anisotropy of Zircaloy cladding », *Zirconium in the Nuclear Industry*, ASTM STP 1132, pp.198-207 (1991).



- NAKA S., « Etude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de titane  $\alpha$  », Thèse d'état, Université d'Orsay, France, (1983).
- NAKA S., LASALMONIE A., COSTA P. AND KUBIN L.P., « The low plastic deformation of  $\alpha$ -titanium and core structure of a-type screw dislocation », *Phil. Mag. A*, Vol. 57, n°5, pp. 717-740 (1988).
- NUMAKURA H., MINONISHI Y. AND KOIWA M., «  $\langle 1123 \rangle \{1011\}$  slip in titanium polycrystals at room temperature », *Scripta Met.*, Vol. 20, pp. 1581-1586, (1986).
- NUMAKURA H., MINONISHI Y. AND KOIWA M., «  $\langle 1123 \rangle \{1011\}$  slip in Zr », *Phil. Mag. A.*, Vol. 63, pp. 1077-1084, (1991).
- NUMAKURA H. AND MINONISHI Y « Atomic study of  $1/3\langle 1123 \rangle \{1011\}$  dislocations in h.c.p. crystals », Part. I, II, *Phil. Mag. A.*, Vol. 62, n°5, pp. 525-543, (1990).
- PATON N.E. AND BACKOFEN W.A., « Plastic deformation of titanium at elevated temperatures », *Met. trans. A*, Vol. 1, pp. 2839-2847, (1970).
- PATON N.E., WILLIAMS J.C. AND RAUSCHER G.P., « The deformation of  $\alpha$ -phase », *Titanium Science and Technology*, Vol. 2, Pub. of the Met. Soc. of AIME, (1973).
- PELISSIE C., Thèse de doctorat de l'INPG, Grenoble, (1996).
- PILVIN P., « Approches multiéchelles pour la prévision du comportement anélastique des métaux », Thèse de doctorat de l'Université Paris 6, (1990).
- PILVIN P., « The contribution of micromechanical approaches to the modelling of the inelastic behaviour of polycrystals », *Proc. Int. Conf. on Biaxial/Multiaxial Fatigue*: pp. 31-46, Saint-Germain en Laye, ESIS/SF2M, (1994).
- PILVIN P., « Contribution de la simulation numérique au développement de relations de comportement en Mécanique des Matériaux », Mémoire d'Habilitation à Diriger des Recherches présenté à l'Université Pierre et Marie Curie (Paris 6), (1995).
- PILVIN P., FEUGAS X., CLAVEL M., « A micro-macro structural approach of the cyclic behaviour of a two phase alloy. IUTAM Symposium on Micromechanics of Plasticity and Damage of Multiphase Materials », 141-148, A. Pineau and A. Zaoui eds, Kluwer Academic Publishers, (1995).
- POCHETTINO A.A., GANNIO N., EDWARDS C.V. AND PENELLE R., « Texture and Pyramidal slip in Ti and Zr and their alloys », *Scripta Met.*, Vol. 27, pp. 1859-1863, (1992).
- POIRIER J. P., « Plasticité à haute température des solides cristallins », Eyrolles, Paris, (1976).
- PRIOUL C., « Le vieillissement dynamique dans les alliages de zirconium », *Le zirconium - Journées d'études propriétés-microstructures*, eds. Cailletaud G. et Lemoine P., pp. 25-34. Les Editions de Physique (1996).
- PUJOL C., « Etudes des mécanismes de déformation en traction et fluage du Zr  $\alpha$  entre 20 et 300°C », Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (1994).
- RAMANI S.V. AND RODRIGUEZ, « Grain size dependence of the deformation behaviour of  $\alpha$ -zirconium », *Can. Met. Quart.*, Vol. 11(1), pp. 61-67, (1972).
- REGNARD C ET LEMAIGNAN C., « Systèmes de déformation activés dans le zircaloy-4 lors d'une sollicitation de type interaction pastille-gaine », *Le Zirconium, J. d'études « Propriétés-microstructures »*, Edition de Physique, pp. 231-240, 1995.



- RENOUARD C., « Modélisation micromécanique du comportement de tubes en Zircaloy-4 à l'état détendu », Rapport de DEA Mécanique et Matériaux, (1999).
- ROBINET P., « Etude expérimentale et modélisation du comportement viscoplastique anisotrope du Zircaloy-4 dans deux états métallurgiques », Thèse de doctorat de l'UFR des Sciences et Techniques de Université de Franche Comté, (1995).
- ROBINET P., GEYER P., « Essais mécaniques sur tubes U556 », Contrat EDF/Interunec n°B57142/0 (1997).
- ROUGIER Y., Thèse de doctorat de l'Ecole Polytechnique, (1995).
- ROUSSELIER G., GEYER P., RUSTE J., VAN DUYSSEN J. C., « La simulation numérique multi-échelles a-t-elle un avenir ? », Revue épure de la Direction des Etudes et Recherches d'E.D.F., n°60, pp. 121-134, (1998).
- RUANO O. AND Elssner G., « On solid solution hardening in the zirconium-oxygen system », Journal of the Less Common Metals, Vol. 40, pp 121-128, (1975).
- SAINTON L., « Essais de fluage dans le sens long de tubes de gaine en Zircaloy : description des éprouvettes et du montage ; validation des calculs de déformation », Note interne EDF, HT-A4/95/007/A (1996).
- SAKAI T. AND FINE M.E., « Plastic deformation of Ti-Al single crystals in prismatic slip », Acta Met., Vol. 22, pp. 1359-1372, (1974).
- SASTRY D.H., PRASAD Y.V.R.K. AND VASU K.I., « An evaluation of rate-controlling obstacles for low-temperature deformation of zirconium », J. of Mater. Sci., Vol. 6, pp. 332-341, (1971).
- SCHÄFFLER I., « Modélisation du comportement élasto-viscoplastique anisotrope des tubes de gaine du crayon combustible entre zéro et quatre cycles de fonctionnement en réacteur à eau pressurisée », Thèse de doctorat de l'UFR des Sciences et Techniques de Université de Franche Comté, (1997).
- SOB M., KRATOCHVIL J. AND KROUPA F., « Theory of strengthening of  $\alpha$ -titanium by interstitial solutes, Czech journal Phys., Vol. B25, pp. 872-890, (1975).
- SOO P. AND HIGGINS G.T., « The deformation of zirconium-oxygen single crystals », Acta Met., Vol. 16, pp. 177-186, (1968).
- STEHLE H., STEINBERG E., AND TENCKHOFF E., « Mechanical properties, anisotropy, and microstructure of Zircaloy caning tubes », Zirconium in the Nuclear Industry, ASTM STP 633, pp. 486-507 (1977).
- STRUDEL J. L., « Interaction des dislocations avec des impuretés mobiles », Dislocations et déformation plastique, Ecole d'été d'Yrvals, eds. Groh P., Kubin L. P. et Martin J. L., pp.199-222. Les éditions de physique (1979).
- TABOUROT L., « Loi de comportement élastoviscoplastique du monocristal en grandes déformations », Thèse, INP Grenoble, Laboratoire GPM2, (1992).
- TENCKHOFF E., « Operation of dislocations with  $\langle c+a \rangle$  type burgers vector during the deformation of Zr single crystals », Z. Metallkde, Vol. 63, pp. 192-197 (1972).
- TENCKHOFF E., « Deformation mechanisms, texture, and anisotropy in zirconium and zircaloy », ASTM, STP 966, (1988).
- TODESCHINI P., Communication privée (1998).
- TOME C. AND KOCKS U.F., « The yield surface of H.C.P. crystals », Acta Met. Vol. 33, n°4, pp. 603-621, (1985).
- TRECO R.M., Trans. ASM, Vol. 45, p. 872, (1953).



- TYSON W.R., *Acta Met.*, Vol. 15, p. 575, (1967).
- TYSON W.R., « Strengthening of hcp Zr, Ti, and Hf by interstitial solutes - a review », *Canadian Met. Quarterly*, Vol. 6, n°4, (1968).
- VITEK V., « Theory of the core structure of dislocation in body-centered-cubic metals », *Crystal lattice Defects*, Vol. 5, pp. 1-34, (1974).
- VOGEL C., « Modélisation du comportement et de l'endommagement en fatigue-fluage du zirconium  $\alpha$  à 200°C », Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, (1996).
- WEATHERLY G.C., « The precipitation of  $\gamma$ -hydride plates in zirconium », *Acta Met.*, Vol. 29, pp. 501-512, (1981).
- WENG G. J., « Self consistent determination of time-dependant behaviour of metals. », *J. Appl. Mech.*, Vol. 48, pp. 41-46 (1981).
- WILLIAMS J.C. AND BLACKBURN M.J., « The identification of non-basal slip vector in titanium and titanium-aluminium alloys », *Phys. Stat. Sol.*, Vol. 25, K1, (1968).
- WILLIAMS J.C., SOMMER A.W. AND TUNG P.P., « The influence of oxygene concentration on the internal stress and dislocation arrangements in  $\alpha$ -titanium », *Met. Trans. A.*, Vol. 3, pp. 2979-2984 (1968).
- XIAOLI T., HUIFANG G., SHUFEN C. AND LAIRD C., « Loading mode dependence of deformation microstructure in a high-purity titanium single crystal oriented for difficult glide », *Mat. Sci. and Engn.*, Vol. A189, pp. 77-84, (1994).
- YANG W.J.S., TUCKER B., CHENG B. AND ADAMSON R.B., « Precipitates in Zircaloy :identification and the effects of irradiation and thermal treatment », *J. of Nuclear Mat.*, Vol. 138, pp. 185-195, (1986).
- YOO M.H., « Slip, twinning and fracture in hexagonal close-packed metals », *Met. Trans. A*, Vol. 12, pp. 409-418, (1981).
- YOO M.H. AND LEE J.K., « Deformation twinning in h.c.p. metals and alloys », *Phil. Mag. A*, Vol. 63, n°5, pp. 987-1000, (1991).
- ZAOUI A., « Homogenization Techniques for Composite Media », Lectures Delivred at the CISM (Udine), Springer-Verlag, (1985).



